



ITS

Institut
Teknologi
Sepuluh Nopember

TUGAS AKHIR- TL 141584

**ANALISA PENGARUH PENAMBAHAN
CETYLTRIMETHYLAMMONIUM *BROMIDE*
SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN
SILIKA NANOPARTIKEL MESOPORI DARI SEKAM
PADI**

ANGGUN NURHAYATI
NRP. 2713 100 054

Dosen Pembimbing
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si.
Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2017



TUGAS AKHIR - TL 141584

**ANALISA PENGARUH PENAMBAHAN
CETYLTRIMETHYLAMMONIUM *BROMIDE*
SEBAGAI TEMPLATE TERHADAP
PEMBENTUKAN SILIKA NANOPARTIKEL
MESOPORI DARI SEKAM PADI**

Anggun Nurhayati
NRP. 2713 100 054

Dosen Pembimbing:
Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si
Diah Susanti, S.T/ M.T., Ph.D

DEPARTEMEN TEKNIK MATERIAL DAN METALURGI
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT - TL 141584

**EFFECT OF CETYLTRIMETHYLAMMONIUM
BROMIDE AS A TEMPLATE ON THE
FORMATION OF MESOPOROUS SILICA
NANOPARTICLES FROM RICE HUSK**

Anggun Nurhayati
NRP. 2713 100 054

Advisors:

Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si
Dlah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

**MATERIALS AND METALLURGICAL ENGINEERING
DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2017**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISA PENGARUH PENAMBAHAN
CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE SEBAGAI
TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA
NANOPARTIKEL MESOPORI DARI SEKAM PADI**

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
pada
Bidang Studi Material Inovatif
Program S-1 Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :

ANGGUN NURHAYATI
NRP. 2713 100 054

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Hariyati Purwaningsih, S.Si., M. Si. (Pembimbing 1)
2. Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D (Pembimbing 2)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

**ANALISA PENGARUH PENAMBAHAN
CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE SEBAGAI
TEMPLATE TERHADAP PEMBENTUKAN SILIKA
NANOPARTIKEL MESOPORI DARI SEKAM PADI**

Nama Mahasiswa : Anggun Nurhayati
NRP : 2713 100 054
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M. Si.
Co-Pembimbing : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Abstrak

Sudah lebih dari ratusan tahun yang lalu, para ilmuwan mulai tertarik untuk meneliti pembuatan nanomaterial berpori, khususnya material mesopori silika. Dalam mensintesis mesopori silika, metode yang digunakan adalah metode sol-gel yang diikuti dengan proses hidrotermal pada temperatur 100°C selama 24 jam. Metode yang dilakukan diawali dengan proses ekstraksi silika dari sekam padi kemudian dilanjutkan dengan proses pembuatan silika nanopartikel mesopori. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, terbentuk material silika nanopartikel mesopori dengan ukuran kristal antara 4 sampai 82 nm. Selain itu, distribusi dan ukuran partikel silika seragam dengan ukuran antara 8 sampai 150 nm. Gugus fungsi berdasarkan uji FTIR silika nanopartikel mesopori berupa gugus siloksan (Si-O-Si). Pengaruh dari penambahan surfaktan dan perlakuan hidrotermal adalah meningkatkan dan menghomogenkan ukuran kristal dan partikel silika.

Kata kunci: *sekam padi, mesopori silika, template, metode sol-gel.*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

EFFECT OF CETYLTRIMETHYLAMMONIUM BROMIDE AS A TEMPLATE ON THE FORMATION OF MESOPOROUS SILICA NANOPARTICLES FROM RICE HUSK

Name : Anggun Nurhayati
NRP : 2713 100 054
Departement : Materials Engineering
Advisor : Hariyati Purwaningsih, S.Si., M. Si.
Co-Advisor : Diah Susanti, S.T., M.T., Ph.D

Abstract

An inexpensive method was used to synthesize mesoporous silica nanoparticles from rice husk. The preparation of mesoporous silica nanoparticles have been studied using sol-gel method followed by hydrothermal process at 100 ° C for 24 hours. This method starts from silica extraction process from rice husk continued with mesoporous silica nanoparticles synthesize. The effect of surfactant and hydrothermal process is to increasing and making uniform the crystals and particles size of silica. The functional groups based on the FTIR test are siloxane groups (Si-O-Si). The SEM and TEM micrographs of mesoporous silica nanoparticles reveal that the silica nanoparticles had a clustered spherical shape. The average particle size of mesoporous silica nanoparticles are 54,55 nm, 47,39 nm, 66,83 nm, 88,48 nm, and 91,92 nm.

Keywords: rice husk, mesoporous silica, template, sol-gel method.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan Tugas Akhir dengan judul **“Analisa Pengaruh Penambahan *Cetyltrimethylammonium Bromide* Sebagai Template Terhadap Pembentukan Silika Nanopartikel Mesopori Dari Abu Sekam Padi”**.

Tugas akhir ini disusun untuk memenuhi syarat dalam memperoleh gelar Sarjana Teknik (ST) di Departemen Teknik Material, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya.

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Orang tua dan keluarga penulis;
2. Ibu Hariyati Purwaningsih, S.Si., M.Si., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
3. Ibu Diah Susanti, S.T., M.T., PhD., selaku dosen pembimbing Tugas Akhir;
4. Mbak Yeny Widya Rakhma dan Mbak Is;
5. Petugas dan karyawan Laboratorium Anorganik, Jurusan Kimia-FMIPA, Universitas Gadjah Mada Yogyakarta;
6. Petugas dan karyawan Laboratorium Terpadu, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya;
7. Siti Annisaa Bani Purwana dan Ni Komang Alit Juliani, selaku sahabat selama proses pengerjaan Tugas Akhir;
8. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu penulis dalam hal apapun, baik materi, moral, maupun do'a.

Penulis menyadari bahwa dalam penulisan Tugas Akhir ini masih terdapat banyak kekurangan, tetapi besar harapan penulis agar tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi semua pihak.

Surabaya, 16 Juli 2017

Penulis

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
TITLE PAGE.....	iii
LEMBAR PENGESAHAN.....	v
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT	ix
KATA PENGANTAR	xi
DAFTAR ISI.....	xiii
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR TABEL.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah.....	3
1.4 Tujuan.....	4
1.5 Manfaat.....	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Material Mesopori	5
2.2 <i>Mesoporous Silica Nanoparticles (MNSp)</i>	7
2.3 Surfaktan	12
2.4 Metode Sol-Gel	15
2.5 Proses Hidrotermal	16
2.6 Sekam Padi	19
2.7 Silika.....	21
2.8 <i>State of The Art</i> (Penelitian Terdahulu).....	23
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN	45
3.1 Diagram Alir.....	45
3.2 Bahan Penelitian.....	48
3.3 Alat-alat Penelitian	49
3.4 Prosedur Penelitian.....	55
3.4.1 Persiapan Bahan	55
3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi.....	55
3.4.3 Proses Pembuatan <i>Mesoporous Silica Nanoparticles</i> (<i>MNSp</i>).....	56

3.4.3.1	Persiapan Bahan untuk Metode Sol-Gel	56
3.4.3.2	Proses Hidrotermal	57
3.4.4	Pengujian	57
3.4.4.1	<i>X-Ray Diffraction (XRD)</i>	57
3.4.4.2	<i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	59
3.4.4.3	<i>Fourier Transform Infra Red (FTIR)</i>	61
3.4.4.4	<i>Transmission Electron Microscope (TEM)</i>	63
3.4.4.5	<i>BET Surface Analysis</i>	65
BAB IV	ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	69
4.1	Analisa Data dan Pembahasan XRD	69
4.2	Analisa Data dan Pembahasan FTIR	77
4.3	Analisa Data dan Pembahasan Pengujian Mikroskop Elektron	85
4.4	Analisa Data dan Pembahasan <i>BET Surface Analysis</i>	92
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	95
5.1	Kesimpulan	95
5.2	Saran	96
DAFTAR PUSTAKA		xxi
LAMPIRAN		97
BIODATA PENULIS		xxv

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Beberapa struktur pori material mesopori	5
Gambar 2.2	Kelompok M41S dari mesopori <i>molecular sieves</i> meliputi MCM-41, MCM-48, dan MCM-50	8
Gambar 2.3	Metode sintesis mesopori silika: A. <i>Liquid crystal templating</i> , B. <i>Self-assembly and cooperative self-assembly</i> , C. <i>Nanometric building blocks</i> , dan D. <i>Sheer-folding mechanism of nanotubes</i>	9
Gambar 2.3	Metode sintesis mesopori silika: A. <i>Liquid crystal templating</i> , B. <i>Self-assembly and cooperative self-assembly</i> , C. <i>Nanometric building blocks</i> , dan D. <i>Sheer-folding mechanism of nanotubes</i>	11
Gambar 2.5	Skema dasar surfaktan	13
Gambar 2.6	Urutan fasa dari sistem pasangan surfaktan – air (<i>surfactant – water binary system</i>)	14
Gambar 2.7	Struktur kimia CTABr	15
Gambar 2.8	Perilaku tekanan-temperatur <i>autoclave</i> yang terisi sejumlah air	17
Gambar 2.9	Grafik peningkatan densitas air dalam <i>autoclave</i> terhadap temperatur	18
Gambar 2.9	Grafik peningkatan densitas air dalam <i>autoclave</i> terhadap temperatur	19
Gambar 2.11	Beberapa teknik sintesis nanopartikel silika	22
Gambar 2.12	Mikrografi TEM RH-Silika nanopartikel pada (a) perbesaran 600x dan (b) perbesaran 800x	24
Gambar 2.12	Mikrografi TEM RH-Silika nanopartikel pada (a) perbesaran 600x dan (b) perbesaran 800x	24
Gambar 2.14	Isotermal adsorpsi-desorpsi nitrogen dan distribusi ukuran poros RH-Silika	25
Gambar 2.15	Spektra FTIR RH-Silika	26
Gambar 2.16	Difraktogram X-ray dari RH-Silika	26
Gambar 2.17	Spektra FTIR silika hasil ekstraksi sekam padi ..	27
Gambar 2.18	Difraktogram silika hasil ekstraksi sekam padi ..	28

Gambar 2.19	Spektra FTIR RH-MCM-41 (A) sebelum kalsinasi dan (B) setelah kalsinasi	29
Gambar 2.20	Spektra FTIR Si-MCM-41 (A) sebelum kalsinasi dan (B) setelah kalsinasi	29
Gambar 2.21	Pola XRD RH-MCM-41: (A) sebelum dan (B) setelah kalsinasi	31
Gambar 2.22	Pola XRD (A) sampel kalsinasi-RH-MCM-41 dan (B) sampel kalsinasi Si-MCM-41	32
Gambar 2.23	Adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen RH-MCM-41	33
Gambar 2.24	Adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 yang dikalsinasi	33
Gambar 2.25	Mikrografi SEM dari silika nanopartikel dengan template (a) CAC, (b) Arkopal, dan (c) PEG	36
Gambar 2.26	Mikrografi TEM dari silika nanopartikel dengan surfaktan (a) CAC, (b) ABDAC, (c) Aliquat 336, (d) CTABr, dan (e) CPB	37
Gambar 2.27	Mikrografi TEM silika nanopartikel dari CTABr pada (a) 0,5, (b) 1, (c) 1,5, (d) 2, (e) 2,5, dan (f) 3 wt.%	39
Gambar 2.28	Silika nanopartikel terdispersi pada pelarut air/butanol	40
Gambar 2.29	Mikrografi TEM silika nanopartikel pada waktu <i>aging</i> selama (a) 3, (b) 5, (c) 6 (c), (d) 7, (e) 8, dan (f) 12 jam	41
Gambar 2.30	Spektra FTIR nanopartikel silika	42
Gambar 2.31	Difaktogram nanopartikel silika	43
Gambar 3.1	Diagram alir proses	45
Gambar 3.2	Diagram alir pembuatan silika nanopartikel mesopori (<i>MSNp</i>)	47
Gambar 3.3	Timbangan digital	49
Gambar 3.3	Spatula	49
Gambar 3.3	<i>Crucible</i> ukuran 50 mL	50
Gambar 3.3	<i>Muffle furnace</i>	50
Gambar 3.3	Kertas s Jepang	51

Gambar 3.3 Gelas ukur	51
Gambar 3.3 <i>Beaker glass</i>	52
Gambar 3.3 Erlenmeyer	52
Gambar 3.3 Kertas pH	53
Gambar 3.3 <i>Buchner funnel</i> hasil modifikasi penulis.....	53
Gambar 3.3 Kompresor (pompa penghisap)	54
Gambar 3.3 <i>Centrifuge</i>	54
Gambar 3.3 <i>Autoclave</i>	54
Gambar 3.3 <i>Hot plate and magnetic stirrer</i>	55
Gambar 3.3 Alat uji XRD PANalytical	58
Gambar 3.3 Skema Alat Uji XRD	58
Gambar 3.3 Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50	60
Gambar 3.3 Skema Alat Uji SEM	61
Gambar 3.3 Alat Uji FTIR.....	62
Gambar 3.3 Skema Alat Uji FTIR	63
Gambar 3.3 Alat uji TEM JEOL JM 1400	63
Gambar 3.4 Skema Alat Uji TEM	64
Gambar 3.7 Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)	66
Gambar 3.8 Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC	67
Gambar 4.1 Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi sebelum dibakar, (B) Abu sekam padi hasil proses <i>leaching</i> HCl dan kalsinasi 600 °C, (C) SiO ₂ hasil ekstraksi	69
Gambar 4.2 Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.% ...	73
Gambar 4.3 Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromide (CTABr) terhadap ukuran kristal dari sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>)	75
Gambar 4.4 Spektra FTIR dari sampel (A) Sekam padi (B) Abu sekam padi (<i>RHA</i>) dan (C) Silika hasil ekstraksi (SiO ₂).....	77

Gambar 4.5	Spektra FTIR dari sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt%.....	80
Gambar 4.6	Spektra FTIR dari sampel Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr).....	83
Gambar 4.7	Spektra FTIR dari perbandingan sampel (A) silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>), CTABr 1 wt.% dan (B) Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr) ...	84
Gambar 4.8	Mikrografi SEM dari silika hasil ekstraksi dengan perbesaran (A) 300x dan (B) 3000x	85
Gambar 4.9	Mikrografi SEM dari sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 10000x	87
Gambar 4.10	Mikrografi TEM dari silika hasil ekstraksi dengan perbesaran (A) 20000x dan (B) 80000x	88
Gambar 4.11	Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, dan (C) CTABr 1., wt.% dengan perbesaran 20000x dan 80000x	89
Gambar 4.12	Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) (A) CTABr 1,5 wt.%, (B) CTABr 1,75 wt.%, dan (C) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x	90
Gambar 4.13	Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromide (CTABr) terhadap ukuran partikel dari sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>)	91
Gambar 4.14	Kurva adsorpsi N ₂ untuk sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>), CTABr 1 wt.%	93
Gambar 4.15	Kurva adsorpsi N ₂ untuk sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>), CTABr 1,5 wt.%	94

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Definisi ukuran pori material zeolit dan <i>molecular sieves</i>	6
Tabel 2.2 Hubungan antara mesofasa dan <i>packing factor</i>	12
Tabel 2.3 Hubungan antara ukuran pori dan metode sintesis	12
Tabel 2.4 Komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda	21
Tabel 2.5 Sifat pori dari sampel	34
Tabel 2.6 Komposisi kimia dari abu sekam padi dianalisa menggunakan AAS	35
Tabel 4.1 Komposisi unsur hasil pengujian EDX dari sekam padi dan abu sekam padi	71
Tabel 4.2 Ukuran kristal silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>) .	75
Tabel 4.4 Gugus fungsi pada sampel sekam padi, abu sekam padi, dan silika hasil ekstraksi	77
Tabel 4.5 Gugus fungsi pada sampel silika nanopartikel mesopori (<i>MNSp</i>)	80

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sudah lebih dari ratusan tahun yang lalu, para ilmuwan mulai tertarik untuk meneliti pembuatan nanomaterial berpori. Penelitian yang dilakukan baik dalam hal bentuk, komposisi, dan struktur nanomaterial, serta sifat atau karakteristiknya. Aplikasi potensial dari nanomaterial di berbagai bidang dalam kehidupan sehari-hari, meliputi optik, elektronik, perangkat, sensor, katalis, dan obat-obatan (Nandiyanto, et al., 2010). Salah satu klasifikasi nanomaterial berpori yang cukup banyak diminati untuk diteliti adalah material mesopori. Material mesopori merupakan material yang memiliki ukuran diameter rata-rata porusnya antara 2-50 nm mengacu pada klasifikasi IUPAC. Contoh material mesopori adalah SiO_2 , TiO_2 , ZnO_2 , dan Fe_2O_3 (Johansson, 2010). Meningkatnya kebutuhan material berpori menyebabkan para peneliti melakukan inovasi yang disesuaikan dengan kebutuhan yang diinginkan, sehingga semakin berkembang luas dan memperluas lingkup penelitian. Hal ini menjembatani antara lingkup kimia dengan lingkup fisika atau biologi. Aplikasi yang umum digunakan dari material mesopori diantaranya sebagai katalis, bio-medis, material sensor, perangkat elektro-optik, dan teknologi elektronik. Meningkatnya pengetahuan tentang material mesopori dan mesostruktur menyebabkan semakin berkembangnya proses, teknik, ataupun metode sintesis yang digunakan (Kleitz, 2002).

Menurut Roth, et al. (2000), material mesopori dapat dibagi menjadi dua kategori, yakni kelompok material M41S dan material zeolit berpilar. Kedua kelompok material ini sangat mudah dalam pembuatannya, sehingga menghasilkan berbagai macam struktur dan variasi komposisi. Akibatnya, memberikan peluang yang besar untuk mengembangkan kelompok ini agar bisa diaplikasikan dalam berbagai macam bidang, salah satunya diaplikasikan sebagai katalis. Leonowicz, et al. (1994) dan



Lawton, et al. (1996) menjelaskan bahwa beberapa kristalisasi zeolit dari kategori kedua dapat menghasilkan fase intermediet pipih dan memiliki struktur yang hampir menyerupai zeolit pada proses as-sintesisnya, yakni proses sebelum dilakukannya kalsinasi. Kerangka atau struktur zeolit dinyatakan sempurna jika dihasilkan lapisan-lapisan zeolit dari prekursor setelah dilakukan proses kalsinasi. Karakteristik dari lapisan-lapisan zeolit ini adalah memiliki derajat keasaman yang tinggi dan porositasnya termasuk mikroporositas. Sedangkan Prawingwong (2011) dan Vartuli, et al. (1994) menjelaskan bahwa famili M41S memiliki keunikan karakteristik yang berbeda-beda, misalnya saja MCM-41 (heksagonal, $p6mm$) memiliki susunan yang heksagonal dari pori unidimensional, MCM-48 (kubik, $1a3d$) menunjukkan struktur kubik, dan MCM-50 memiliki susunan *lamellar*.

Di dalam sintesis mesopori silika, umumnya bahan yang digunakan adalah bahan kimia seperti Tetraetil ortosilikat (TEOS), natrium silikat dan *fumed silica* sebagai prekursor silika. Akan tetapi, sintesis mesopori silika menggunakan ketiga bahan tersebut sebagai prekursor silika membutuhkan biaya yang cukup mahal. Sehingga, Le, et al. (2013) dan Ghorbani, et al. (2013) melakukan inovasi untuk mereduksi biaya tersebut, bahan yang digunakan sebagai prekursor silika adalah bahan alam atau *natural waste* seperti sekam padi dan alang-alang. Kedua bahan tersebut terbilang cukup murah dan mudah didapatkan di alam. Pembuatan mesopori silika dari bahan alam, sekam padi, dilakukan dalam dua tahap yakni ekstraksi sekam padi menjadi silika dan sintesis mesopori silika baik dengan penambahan template maupun tanpa penambahan template. Hasil ekstraksi silika dari sekam padi menghasilkan dua produk, yakni filtrat yang setelah dilakukan proses lanjutan menghasilkan endapan silika dan karbon yang dapat menjadi *activated carbon* (Ghosh & Bhattacharjee, 2013).

Untuk mensintesis mesopori silika dapat dilakukan dengan beberapa metode diantaranya *liquid-phase*, sol-gel, ko-kondensasi, pertukaran ion, induksi listrik *microwave*, dan



Tungsten karbida vial (Fadlulloh, 2014). Namun, metode yang umum digunakan adalah metode sol-gel. Suyanta dan Kuncaka (2011) memilih metode sol-gel yang diikuti dengan perlakuan hidrotermal pada temperatur 110°C selama 36 jam untuk mensintesis mesopori silika dengan menggunakan surfaktan Setil trimetil amonium bromida (CTABr) sebagai template dan mevariasikan molar dari template tersebut. Bahan dasar yang digunakan adalah *Sodium silicate* yang didapatkan dari ekstraksi sekam padi dan yang komersial dimana hasil dari sintesis tersebut akan dibandingkan hasilnya. Surfaktan berfungsi sebagai template di dalam proses pembentukan mesopori silika.

Pada penelitian kali ini, untuk mensintesis silika nanopartikel mesopori digunakan metode sol-gel yang diikuti dengan proses hidrotermal. Bahan utama yang digunakan pada penelitian ini berasal dari sekam padi yang akan diekstraksi untuk mendapatkan serbuk silika dan dilanjutkan dengan proses pembuatan silika nanopartikel mesopori dengan penambahan variasi molar Setil trimetil amonium bromida (CTABr).

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, rumusan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Bagaimana penggunaan surfaktan sebagai template terhadap pembentukan silika nanopartikel mesopori?
2. Bagaimana pengaruh surfaktan dan perlakuan hidrotermal terhadap karakteristik pori pada silika hasil ekstraksi?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Jenis sekam padi yang digunakan berasal dari Kota Batu dengan usia 8 bulan.
2. Impuritas pada arang sekam padi diabaikan.
3. Kondisi lingkungan dianggap tidak berpengaruh.



4. Kenaikan temperatur pada setiap proses dianggap konstan.

1.4 Tujuan

Tujuan pada penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Menganalisis penggunaan surfaktan sebagai template terhadap pembentukan silika nanopartikel mesopori.
2. Menganalisis pengaruh surfaktan dan perlakuan hidrotermal terhadap karakteristik pori pada silika hasil ekstraksi.

1.5 Manfaat

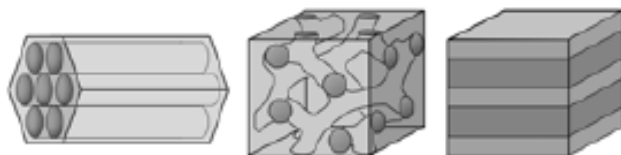
Penelitian ini diharapkan dapat bermanfaat dalam bidang nanomaterial mesopori yang memanfaatkan *natural waste* sebagai bahan dasar pembuatannya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Mesopori

Material berpori telah menarik banyak minat ilmiah atau penelitian untuk aplikasi pemisahan kimia dan katalis heterogen, dimana membutuhkan penyelesaian terhadap sintesis, pengolahan, dan karakterisasinya. Idealnya, suatu material berpori harus memiliki distribusi ukuran pori yang bergantung pada aplikasi tertentu. Selain itu, harus menunjukkan sifat kimia yang tinggi, termal, hidrotermal dan stabilitas mekanik, dengan luas permukaan yang tinggi dan ukuran pori besar. Material ini harus memiliki ukuran partikel yang spesifik yakni sekitar 1-100 nm. Material berpori awalnya didefinisikan menurut sifat adsorpsinya. Berdasarkan hal tersebut, material berpori dibedakan oleh ukuran porinya (Kleitz, 2002).



Gambar 2.1 Beberapa struktur pori material mesopori (Kleitz, 2002)

Material mesopori merupakan material yang memiliki ukuran diameter rata-rata porosnya berada di antara 2-50 nm dimana hal ini mengacu pada klasifikasi IUPAC. Menurut IUPAC, material berpori dibagi menjadi tiga klasifikasi, yaitu mikropori memiliki diameter poros kurang dari 2 nm, mesopori memiliki diameter poros antara 2-50 nm, dan makropori memiliki diameter poros lebih dari 50 nm (Sing, et al., 1985). Selain itu, poros dapat diklasifikasikan berdasarkan bentuk porosnya, seperti berbentuk bola atau silinder dan variasi struktur yang lain yang ditunjukkan oleh Gambar 2.1. Beberapa contoh dari material



mesopori diantaranya adalah material golongan oksida, yakni TiO_2 , SiO_2 , ZnO_2 , Fe_2O_3 , atau kombinasi logam oksida lainnya (Johansson, 2010). Berikut ini merupakan Tabel. 2.1, tabel yang menerangkan mengenai definisi ukuran pori dari zeolit dan *molecular sieves* yang telah diteliti oleh beberapa ilmuwan (Zhao, et al., 1996).

Tabel 2.1 Definisi ukuran pori material zeolit dan *molecular sieves* (Zhao, et al., 1996)

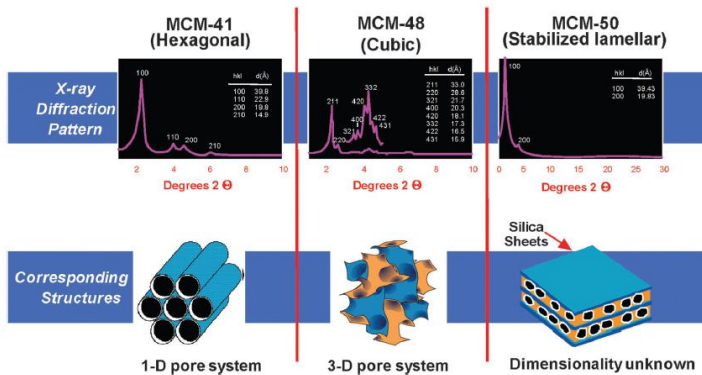
Ukuran pori (Å)	Definisi	Jenis Material	Diameter pori (Å)
>500	Makropori	MCM-41 (Beck dkk, 1992)	15-100
20 - 500	Mesopori		
<20	Mikropori		
	<i>Ultra-large pore</i>	Cloverite (Estermann dkk, 1991)	6,0 x 13,2
		JDF-20 (Jones dkk, 1993)	6,2 x 14,5
		VPI-5 (Davis dkk, 1988)	12,1
		AIPO₄-8 (Dessau dkk, 1990)	7,9 x 8,7
	<i>Large pore</i>	Faujasite (Olson, 1970)	7,4
		AIPO₄-5 (Bialek dkk, 1991)	7,3
		ZSM-12 (Fyte dkk, 1990)	5,5 x 5,9
	<i>Medium pore</i>	ZSM-48 (Schlenker dkk, 1978)	5,3 x 5,6
		ZSM-5 (van Koningsveid dkk, 1990)	5,3 x 5,6 5,1 x 5,5
	<i>Small pore</i>	CaA (Meier & Olson, 1987)	4,2



		SAPO-34 (Lok, 1987)	4,3
--	--	-------------------------------	-----

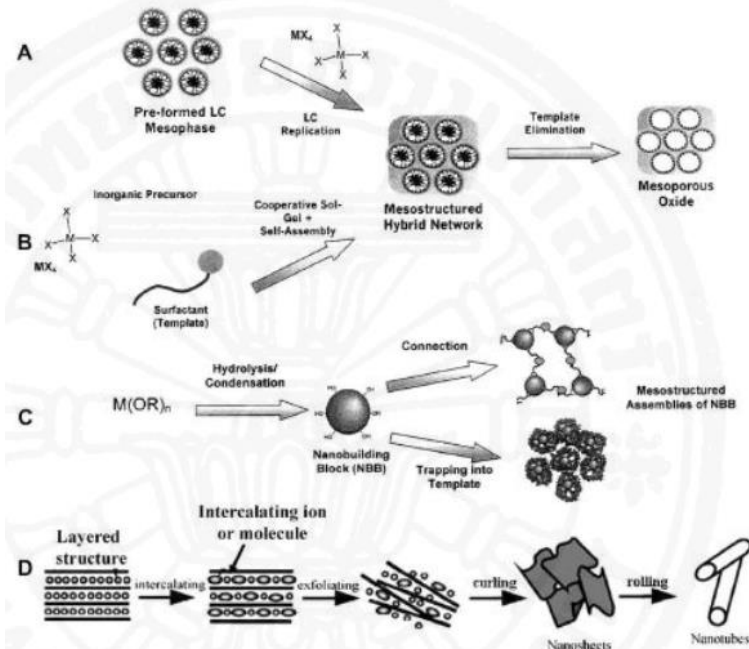
2.2 Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNp)

Mesopori silika merupakan material inorganik yang tersusun dari atom silikon yang berikatan dengan atom oksigen dengan ikatan kovalen. Material mesopori silika sudah ada sejak lebih dari 10 tahun yang lalu (Prawingwong, 2011). Pada tahun 1980, tim peneliti Exxon Mobil menemukan kelompok material mesopori yang berstruktur nano dan dikenal dengan istilah M41S (Kresge, et al., 2004). Mobil Composition of Matter No. 41, MCM-41, merupakan salah satu anggota yang paling terkenal dari kelompok M41S dimana setiap anggota dari M41S memiliki karakteristik yang berbeda, seperti yang ditunjukkan oleh Gama 2.2. Kelompok MCM-41 memiliki keunikan tersendiri, diantaranya MCM-41 (heksagonal, $p6mm$) memiliki susunan yang heksagonal dari pori unidimensional., MCM-48 (kubik, $Ia3d$) menunjukkan struktur kubik, MCM-50 memiliki susunan *lamellar*, dan anggota kelompok yang lain tidak mudah untuk dikategorikan. Material ini dapat disintesis dengan metode hidrotermal dengan kation surfaktan berupa alkiltrimetilamonium yang memiliki rantai ikatan alkil yang lebih besar dari 6 atom karbon (Prawingwong, 2011; Vartuli, et al., 1994).



Gambar 2.2 Kelompok M41S dari mesopori *molecular sieves* meliputi MCM-41, MCM-48, dan MCM-50 (Kresge & Roth, 2013)

Mesopori silika mengandung pori-pori yang seragam, volum pori yang besar, diameter pori dan kelompok fungsional tertentu yang disesuaikan pada permukaannya. Berdasarkan sifat ini, mesopori silika dapat diaplikasikan pada berbagai aplikasi, seperti pendukung katalis, sensor, dan sistem pengiriman obat. Di dalam mensintesis mesopori silika dibagi menjadi 2 metode, yakni metode sintesis menggunakan template dan metode sintesis tanpa menggunakan template. Metode sintesis menggunakan template dibagi menjadi 2 jenis, yaitu *liquid crystal templating* (Gambar 2.3a) dan *self-assembly and cooperative self-assembly* (Gambar 2.3b). Kemudian, untuk metode sintesis tanpa menggunakan template terbagi menjadi *nanometric building blocks* (Gambar 2.3c) dan *sheer-folding mechanism of nanotubes* (Gambar 2.3d). Namun, metode sintesis tanpa menggunakan template ini sangat jarang sekali dilakukan, karena dibutuhkan teknologi yang tinggi dan biaya yang cukup besar (Prawingwong, 2011).



Gambar 2.3 Metode sintesis mesopori silika: A. *Liquid crystal templating*, B. *Self-assembly and cooperative self-assembly*, C. *Nanometric building blocks*, dan D. *Sheer-folding mechanism of nanotubes* (Prawingwong, 2011)

Metode *self-assembly* dan *cooperative self-assembly* merupakan kombinasi dari metode sol-gel dan *self-assembly*. Prekursor silika dan surfaktan adalah *self-assembly* yang menjadi jaringan mesostruktur. Kemudian, template akan dihilangkan sehingga didapatkan material mesopori, seperti yang ditunjukkan Gambar 2.3b.

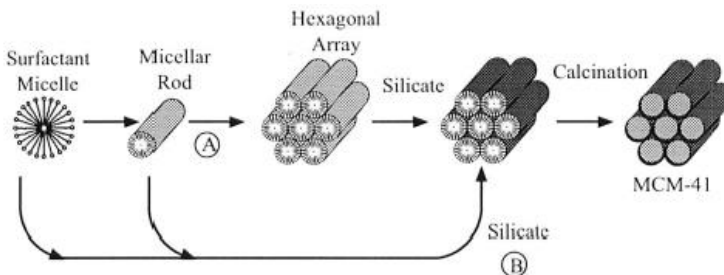
Sintesis dengan metode *nanometric building blocks* diawali dengan organologam yang mengalami hidrolisis dan kondensasi untuk membuat blok nanobuilding. Akhirnya, unit



blok nanobuilding dirakit ke dalam jaringan mesostruktur, seperti yang ditunjukkan Gambar 2.3c.

Metode sintesis *sheer-folding* merupakan metode dimana dari nanotube disintesis dari material yang memiliki struktur berupa lapisan-lapisan. Struktur lapisan ini ditambahkan oleh ion atau molekul interkalasi dan diikuti oleh pengelupasan, penyembuhan dan penggulangan menjadi bentuk *nanotube*, seperti yang ditunjukkan Gambar 2.3d (Prawingwong, 2011).

Metode *liquid crystal template (LCT)* merupakan mekanisme dimana surfaktan dalam wujud cair berfungsi sebagai *template* organik. Mekanisme ini telah banyak digunakan sebagai metode pembuatan material M41S dan menghasilkan berbagai macam variasi ukuran pori. Variasi ukuran pori ini dihasilkan akibat adanya variabel komposisi surfaktan yang digunakan. Struktur dari material M41S yang berupa heksagonal, kubik, dan *lamellar* mendukung untuk sintesis dengan mekanisme ini dapat dilakukan (Vartuli, et al., 1994). Mekanisme ini dimulai dengan surfaktan yang merangkai dirinya sendiri, dan membentuk ikatan menyerupai sebuah batang. Setelah itu, kumpulan batang tersebut membentuk susunan heksagonal sebagai *template*. Prekursor silikat ditambahkan ke dalam larutan, dan kondensasi silikat berada di sekitar *template* heksagonal tersebut. Setelah proses kalsinasi, *template* tersebut akan dihapus dan membentuk mesopori silika seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.4 (Beck, et al., 1992). Mekanisme ini menyarankan sebaiknya (A) surfaktan dalam bentuk fase kristal cair sebelum dilakukan penambahan reagen atau (B) jenis silikat yang dihasilkan dalam campuran reaksi mempengaruhi pemilihan misel surfaktan ke fase kristal cair yang diinginkan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 2.4. Pembentukan struktur heksagonal, kubik, dan *lamellar* pada material M41S dengan memvariasikan konsentrasi silika pada konsentrasi surfaktan yang konstan mendukung untuk dilakukan pada jalur B (Vartuli, et al., 1994).



Gambar 2.4 Mekanisme yang terjadi pada pembentukan MCM-41: A. Inisiasi fase kristal cair dan B. Inisiasi anion silikat (Vartuli, et al., 1994)

Di dalam proses sintesis material mesopori silika, metode yang sering digunakan adalah metode sol-gel dengan menggunakan prekursor seperti tetraetilortosilikat (TEOS), natrium silikat, dan *fumed silica*. Secara umum, proses sintesis mesopori silika dimulai dari melarutkan molekul template ke dalam pelarut dan diikuti dengan menambahkan prekursor silika, baik TEOS, natrium silikat, *fumed silica*, maupun yang lainnya. Setelah campuran larutan tersebut diaduk (*stirring*) selama beberapa waktu dengan temperatur tertentu, larutan tersebut diberi perlakuan hidrotermal atau radiasi gelombang mikro. Tahap selanjutnya, produk hasil proses hidrotermal akan dibersihkan dan dikeringkan. Terakhir, untuk menghilangkan template dilakukan proses kalsinasi atau ekstraksi pelarut. Akan tetapi, sintesis mesopori silika menggunakan TEOS, natrium silikat, dan *fumed silica* sebagai prekursor silika membutuhkan biaya yang mahal. Selain itu, untuk mengetahui karakteristik dari mesopori silika, parameter sintesis yang dapat dilakukan diantaranya adalah temperatur reaksi, pH dari campuran larutan, dan jenis surfaktan. Karakteristik yang dapat dilakukan salah satunya adalah analisa struktur dan ukuran pori, dimana analisa struktur dari mesofasa dapat diprediksikan berdasarkan nilai *packing factor* (*g-factor*). Hubungan antara mesofasa dan *packing*



factor ditunjukkan pada Tabel 2.2. Sedangkan untuk analisa ukuran pori dapat diprediksi berdasarkan metode sintesis yang digunakan. Hubungan antara ukuran pori dan metode sintesis ditunjukkan pada Tabel 2.3 (Prawingwong, 2011).

Tabel 2.2 Hubungan antara mesofasa dan *packing factor* (Huo, et al., 1996; Meynen, et al., 2009)

<i>Packing factor</i>	Mesofasa
1/3	Kubik (Pm3n)
1/2	Heksagonal (p6mm)
1/2 - 1/3	Kubik (Ia3d)
1	<i>Lamellar</i>

Tabel 2.3 Hubungan antara ukuran pori dan metode sintesis (Yang, 2003b)

Ukuran pori (nm)	Metode
2 – 5	Menggunakan perbedaan panjang rantai surfaktan
4 – 10	Menggunakan <i>micelle expanders</i>
4 – 7	Perlakuan hidrotermal setelah sintesis, baik di <i>mother liquid</i> maupun air
2,5 – 6,6	Sintesis dengan temperatur tinggi
3,5 – 2,5	Perlakuan sintesis air - amina
5 – 30	Menggunakan <i>triblock copolymer</i> dan <i>expander</i>
> 50	Emulsi template

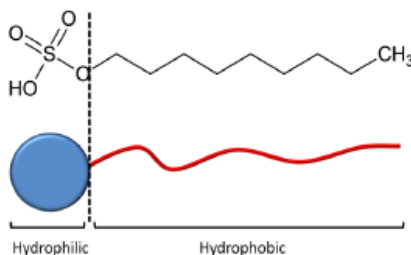
2.3 Surfaktan

Metode sintesis yang paling sering dilakukan dalam pembuatan mesopori silika adalah metode sol-gel. Larutan (sol) merupakan sistem koloid dimana misel dibentuk oleh surfaktan dan didispersikan di dalam larutan aqueous. Ketika prekursor silika ditambahkan ke dalam larutan (sol) akan terhidrolisis dan jaringan silika terbentuk dimana cairan tersebut tertutup oleh gel. Transisi antara sol dan gel berlangsung secara bertahap dan sol



menjadi gel ketika mendapatkan tegangan elastis (*stress elastically*). Kemudian, gel tersebut dipanaskan dengan cara dikalsinasi dimana surfaktan akan terdekomposisi dan menguap, sehingga didapatkan jaringan silika berpori (Johansson, 2010).

Surfaktan atau agen aktif permukaan merupakan molekul yang memiliki kecenderungan untuk menyerap di permukaan dan antarmuka. Agen ini memiliki struktur kimia ganda, yakni salah satu bagian merupakan hidrofilik (suka air) dan bagian yang lainnya merupakan hidrofobik (benci air) sehingga agen ini disebut juga molekul amfilik, Gambar 2.5. Bagian lipofilik biasanya rantai hidrokarbon. Karena sifat amfilik ini, surfaktan mampu membentuk ikatan dalam minyak atau air solusi untuk menurunkan energi bebas dalam sistem. Jika pelarut memiliki dua fase bercampur surfaktan terletak di antarmuka minyak/air dengan bagian hidrofilik terhadap air dan bagian lipofilik dalam minyak.

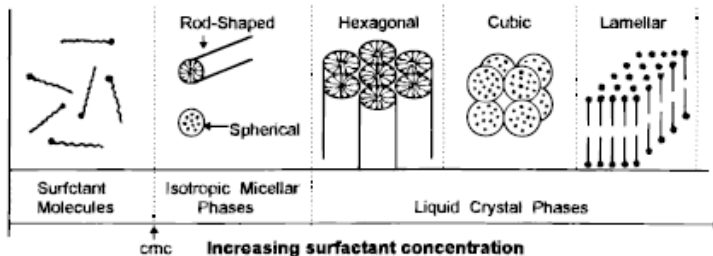


Gambar 2.5 Skema dasar surfaktan (Barrabino, 2011)

Di dalam sistem yang sederhana air-surfaktan, molekul surfaktan menampakkan diri sebagai komponen yang sangat aktif dengan struktur variabel sesuai seiring dengan meningkatnya konsentrasi, yang secara skematik ditunjukkan pada Gambar 2.6. Ketika konsentrasi surfaktan rendah dalam larutan air, surfaktan berada sebagai molekul terpisah pada antarmuka udara-air. Hal ini menyebabkan tegangan permukaan menurun akibat dari tegangan di air lebih besar dibandingkan pada hidrokarbon. Kemudian, konsentrasi surfaktan dalam larutan meningkat



sehingga mengurangi energi permukaan sampai nilai kritis dan akan menjadi jenuh. Setelah mencapai kejenuhan pada keseluruhan antarmuka, seluruh surfaktan yang tersisa di dalam air merupakan kluster atau yang disebut dengan misel. Pada titik ini, ketika misel terbentuk disebut dengan Konsentrasi Kritis Misel yang juga dikenal dengan CMC. CMC sendiri bergantung pada struktur kimia dari masing-masing senyawa, misalnya semakin panjang ekor hidrofobik, maka semakin lama mencapai titik jenuh, sehingga akan menurunkan CMC (Johansson, 2010; Zhao et al., 1996; Barrabino, 2011).



Gambar 2.6 Urutan fasa dari sistem pasangan surfaktan – air (*surfactant – water binary system*) (Myers, 1992; Lawrence, 1995)

Surfaktan diklasifikasikan berdasarkan kelompok kepala polar menjadi empat, yaitu anionik, kationik, non-ionik, dan zwitterionik.

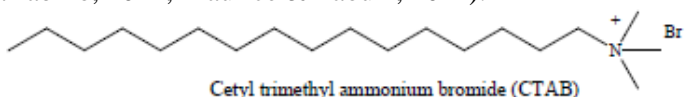
1. Anionik merupakan surfaktan yang memiliki kelompok kepala polar bermuatan negatif. Kelompok non-polar ini digunakan rantai hidrokarbon yang besar dengan range antara C12 dan C18. Contoh dari kelompok polar dalam jenis surfaktan ini adalah karboksilat, sulfat, sulfonat, dan fosfat.
2. Kationik merupakan surfaktan yang memiliki kelompok kepala polar bermuatan positif dan rantai alkil yang besar sebagai kelompok non-polar.



Surfaktan ini didasarkan pada atom nitrogen. Umumnya, kelompok kepala dalam jenis surfaktan ini adalah amina dan produk kuartener berbasis amonium.

3. Non-ionik merupakan surfaktan non-ionik yang memiliki unit polieter dan polihidroksil sebagai kelompok polar. Poli(etilen oksida) merupakan kelompok polar yang paling umum. Sedangkan Poli(propilena oksida) merupakan kelompok non-polar yang paling umum. Selain itu, pada jenis surfaktan ini dikenal pula *block copolymer*. Kopolimer ini memiliki massa molar yang rendah.
4. Zwitterionik merupakan jenis surfaktan yang memiliki kepala polar dengan dua muatan yang berbeda sehingga dihasilkan muatan yang netral. Contoh dari surfaktan kepala polar yang paling umum digunakan adalah kelompok amonium untuk muatan positif dan karboksilat untuk muatan negatif.

Beberapa jenis surfaktan yang umum digunakan adalah CTABr (Setil trimetilamonium bromida) dan DTABr (dodesil trimetilamonium bromida) yang merupakan surfaktan kationik dan *block copolymer* Pluronic® P123 yang merupakan surfaktan non-ionik. Gambar 2.7 merupakan contoh dari struktur kimia surfaktan CTABr, dimana rumus kimianya adalah $C_{19}H_{42}BrN$ (Barrabino, 2011; Maurice & Faouzi, 2014).



Gambar 2.7 Struktur kimia CTABr (Maurice & Faouzi, 2014)

2.4 Metode Sol-Gel

Sol-gel merupakan salah satu metode yang paling banyak digunakan dalam mempersiapkan material oksida logam berukuran nano. Sol merupakan suatu partikel halus yang terdispersi dalam suatu fasa cair membentuk koloid sedangkan gel merupakan



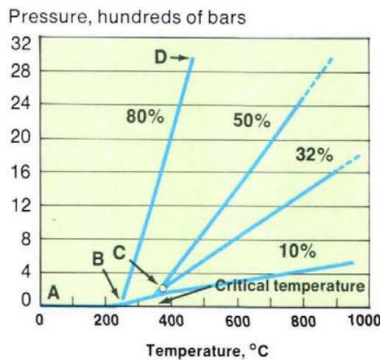
padatan yang tersusun dari fasa cair dan padat dimana kedua fasa ini saling terdispersi dan memiliki struktur jaringan internal. Proses sol-gel sendiri didefinisikan sebagai proses pembentukan senyawa organik melalui reaksi kimia dalam larutan pada suhu rendah. dalam proses tersebut terjadi perubahan fasa dari suspensi koloid (sol) membentuk fasa cair kontinyu (gel).

Proses sol-gel telah banyak diaplikasikan secara luas. Sebagian besar produk sol-gel adalah bahan keramik dan gelas dalam berbagai bentuk seperti bubuk *ultrafine* atau *spherical*, lapisan film tipis, serat keramik, membran inorganik mikropori, gelas dan keramik monolitik, dan bahan *aerogel* berpori.

Prekursor yang digunakan pada umumnya ialah logam inorganik yang dikelilingi oleh ligan yang reaktif seperti logam alkoksida ($M(OR)_z$), dimana R menunjukkan grup alkil (C_nH_{2n+1}). Logam alkoksida banyak digunakan karena sifatnya yang mudah bereaksi dengan air diantaranya ialah Tetrametoksisilan (TMOS), Tetraetilortosilikat (TEOS) dan alkoksida lainnya seperti aluminat, titanat, borat, dan lain-lain (Alfaruqi, 2008).

2.5 Proses Hidrotermal

Hidrotermal merupakan metode pertumbuhan ukuran kristal yang disebabkan pemanasan material oleh uap air. Pertumbuhan kristal pada proses ini terjadi di dalam wadah baja bertekanan tinggi yang disebut dengan *autoclave* (Alfaruqi, 2008).



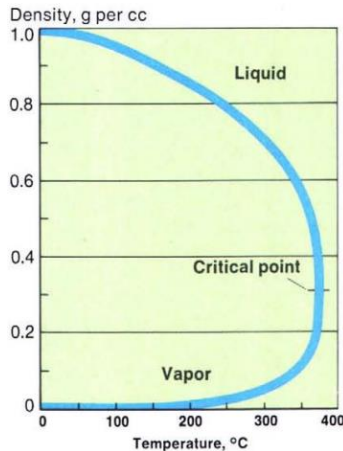
Gambar 2.8 Perilaku tekanan-temperatur *autoclave* yang terisi sejumlah air (Laudise, 1987)

Pada Gambar 2.8 di atas menunjukkan grafik perlakuan tekanan-temperatur dari air yang berada di dalam *autoclave* yang diisi dengan persentase isi dari volume *autoclave*. Garis A-C adalah kurva tekanan uap yang berdampting dengan liquid dan gas, sedangkan titik C merupakan titik kritis air, yakni 374°C, 220 bar. Pada titik kritis ini densitas gas dan cairan adalah 0.32 g per cc.

Apabila *autoclave* pada temperatur ruang terisi 80% dari volume bebasnya kemudian dipanaskan, tekanan di dalam *autoclave* akan meningkat. Hal ini dapat dijelaskan dengan kurva tekanan uap. Densitas dari cairan air menurun dan densitas dari uap air akan meningkat seiring dengan meningkatnya temperatur seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.9 dimana menyebabkan meningkatnya level cairan pada *autoclave* hingga seluruh bagian dari *autoclave* terisi oleh cairan air pada temperatur 250°C, sebagaimana yang ditunjukkan pada baris atas diagram Gambar 2.10. Pada titik ini (B di sebelah kiri), Gambar 2.9, tekanan di dalam *autoclave* dimulai dari kurva tekanan uap yang meningkat sepanjang kurva B-D. Densitas air menjadi 0.80 g per cc di bawah kondisi tersebut. Maka, ketika tekanan dan temperatur yang sedemikian rupa sehingga hanya cairan atau gas yang ada di



dalam *autoclave*, densitas cairan identik dengan presentase isi dibagi 100.



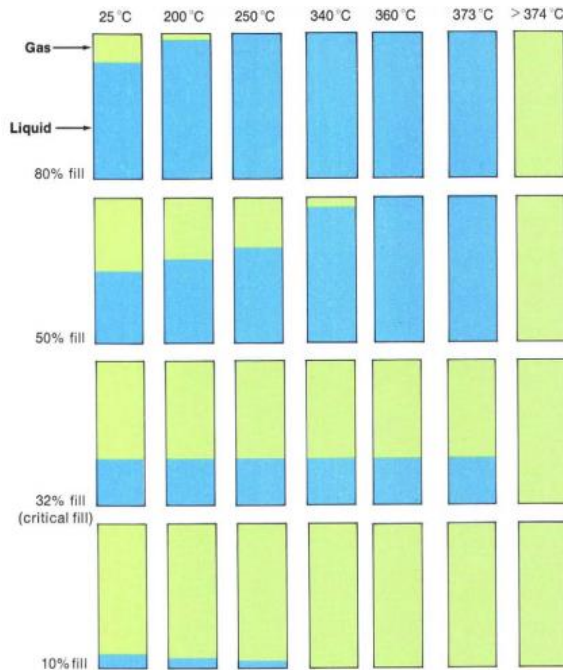
Gambar 2.9 Grafik peningkatan densitas air dalam *autoclave* terhadap temperatur (Laudise, 1987)

Di atas titik kritis, cairan akan mengalami penguapan, sehingga fluida dalam *autoclave* akan terdefinisikan menjadi gas. Tetapi tidak ada diskontinuitas yang terjadi ketika fluida tersebut melewati titik kritis.

Pada *autoclave* yang terisi dengan air lebih dari 32%, cairan akan berekspansi, sebagaimana yang ditunjukkan pada Gambar 2.10 untuk mengisi *autoclave* pada beberapa temperatur di bawah temperatur kritis. Semakin tinggi presentasi isi, semakin rendah temperatur dimana *autoclave* terisi oleh cairan. Apabila *autoclave* diisi hingga 32%, level cairan tidak akan berubah selama meningkatnya temperatur. Meniskus cairan-uap menghilang pada temperatur kritis dan fenomena titik kritis klasik, seperti *opalescence*, terjadi. Ketika *autoclave* diisi kurang dari 32%, level cairan akan menurun selama meningkatnya temperatur. Cairan akan menghilang, *autoclave* mendidih hingga



kering, pada temperatur dibawah temperatur kritis (Laudise, 1987).



Gambar 2.10 Perbandingan presentase isi terhadap temperatur (Laudise, 1987)

2.6 Sekam Padi

Padi merupakan bahan makanan pokok bangsa Indonesia, kebutuhannya semakin meningkat dari tahun ke tahun. Hal ini mengakibatkan meningkatnya limbah sekam atau kulit padi yang dihasilkan. Sekam padi merupakan bagian terbesar kedua setelah beras. Padi terdiri dari beras (65%), sekam (20%), bekatul (8%) dan bagian lainnya atau hilang (7%) (Utomo & Yunita, 2014). Oleh sebab itu, sekam padi merupakan limbah alami dan produk utama sampingan dari penggilingan padi. Sekam padi dapat dimanfaatkan kembali untuk menghasilkan bahan yang ramah



lingkungan, seperti Silikon (Si), Silika (SiO_2), Silikon karbida (SiC), Silikon nitrida (Si_3N_4), dan graphene (G) (Sankar, et al., 2016). Sekam padi sebagai limbah yang berlimpah khususnya di negara agraris, merupakan salah satu sumber penghasil silika terbesar. Sekam padi mengandung silika sebanyak 87%-97% berat kering setelah mengalami pembakaran sempurna. Selain didukung oleh jumlah yang melimpah, silika sekam padi dapat diperoleh dengan sangat mudah dan biaya yang relatif murah, yakni dengan cara ekstraksi alkalis (Kalapathy, et al., 2000).

Sekam padi tersusun dari bahan-bahan seperti selulosa (40%), lignin (30%) dan abu (20%) yang mengandung silika yang terdapat pada jaringan selulosa (Utomo & Yunita, 2014). Selain itu, adapula yang menyebutkan bahwa komposisi kimia dari sekam padi mengandung komponen organik sebesar 74% dan anorganik (26%). Konstituen organik termasuk selulosa, hemiselulosa, lignin, L-arabinosa, asam Methylglucuronic, D-galaktosa dan beberapa protein dan vitamin dapat dihilangkan dari sekam padi selama proses pembakaran. Sedangkan komponen anorganik utama dari abu sekam padi (RHA) adalah SiO_2 (80%) bersama dengan beberapa komponen anorganik ringan termasuk alumina (3,93%), sulfur trioksida (0,78%), oksida besi (0,41%), kalsium oksida (3,84%), magnesium oksida (0,25%), natrium oksida (0,67%), kalium oksida (1,45%), dan hilangnya pengapian (8,56%) (Sankar, et al., 2016).

Di dalam menghasilkan silika dari sekam padi, dilakukan metode ekstraksi. Metode ekstraksi didasarkan pada tingginya kelarutan silika amorf dalam larutan alkalis seperti KOH, Na_2CO_3 , atau NaOH, dan pengendapan silika terlarut menggunakan asam, seperti asam klorida, asam sitrat, asam asetat, dan asam oksalat. Hasil dari proses ekstraksi ini berupa silika gel. Silika gel merupakan produk yang aman digunakan untuk menjaga kelembaban makanan, obat-obatan, bahan sensitif, elektronik, dan film sekalipun. Produk anti lembab ini menyerap lembab tanpa mengubah kondisi zatnya. Walaupun dipegang, butiran-butiran silika gel ini tetap kering. Silika gel yang



diperoleh berwarna putih (Handayani, et al., 2014). Berikut akan ditampilkan komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda, Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Komposisi kimia dari abu sekam padi pada perlakuan temperatur yang berbeda (Hwang, 2002)

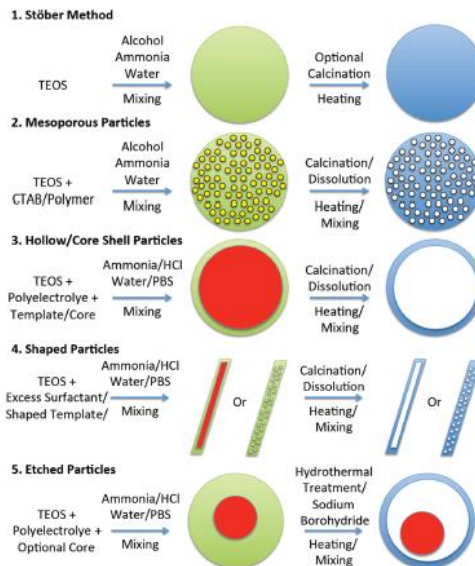
Temp Bahan	Orgin° (%)	400° (%)	600° (%)	700° (%)	1000° (%)
SiO ₂	88.01	88.05	88.67	92.15	95.48
MgO	1.17	1.13	0.84	0.51	0.59
SO ₃	1.12	0.83	0.81	0.79	0.09
CaO	2.56	2.02	1.73	1.60	1.16
K ₂ O	5.26	6.48	6.41	3.94	1.28
Na ₂ O	0.79	0.76	1.09	0.99	0.73
TiO ₂	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
Fe ₂ O ₃	0.29	0.74	0.46	0.00	0.43

2.7 Silika

Silika adalah unsur dengan kegunaan tinggi dalam berbagai macam ruang lingkup, seperti bioteknologi, lingkungan, industri semen, komposit, dan medis. Hal ini disebabkan silika memiliki sifat yang terbukti memiliki stabilitas tinggi, fleksibilitas kimia, dan biokompatibilitas yang berperan penting bagi berbagai lingkup. Selain itu, silika memiliki kelimpahan yang banyak, biaya yang relatif murah untuk penelitian silika berbasis nano dan mikropartikel, dan memiliki permukaan yang besar untuk rasio volume yang diharapkan mampu menjadi *carrier* imobilisasi yang besar untuk sejumlah enzim dengan relatif sedikit material bahan pembawa. Namun, pada studi busa CO berair dengan prekursor hidrofilik silika nanopartikel dan non-ionik Triton X100, surfaktan TX100, ditemukan kekurangan dari studi tersebut bahwa stabilitas busa distabilkan oleh partikel dengan mengandalkan tingkat hidrofobisitas dari partikel yang secara inheren hidrofilik di alam (Fadhilulloh, et al., 2014).



Karena diameter partikel silika yang kecil, serbuk silika *ultrafine* memiliki aplikasi teknologi yang cukup banyak, seperti agen *thixotropic*, isolator termal, pengisi (*filler*) komposit, dll. Proses ekstraksi silika secara konvensional dilakukan dalam bentuk murni dari sumber kuarsa alami yang melibatkan tingginya biaya produksi. Selain itu, silika merupakan unsur yang paling melimpah kedua di permukaan bumi, dimana menyumbang sekitar 32% dari berat total permukaan bumi. Akibatnya, tanaman yang tumbuh di tanah selalu mengandung beberapa silikon dalam jaringan mereka (Ghorbani, et al., 2013).



Gambar 2.11 Beberapa teknik sintesis nanopartikel silika (Lieberman, et al., 2014)

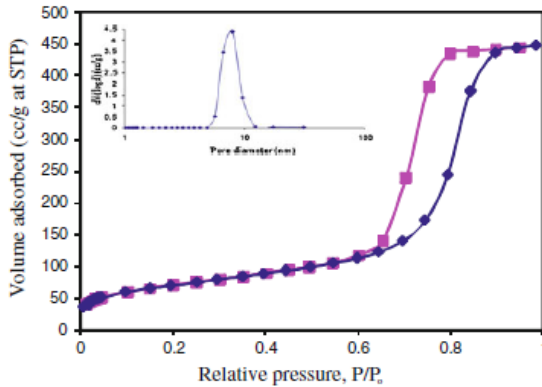
Di dalam sintesis nanopartikel silika dapat dilakukan dengan beberapa teknik atau metode. Teknik-teknik ini mampu menghasilkan komposisi yang mendekati keseragaman dan *range* ukuran partikel yang dekat. Gambar 2.11 menunjukkan beberapa teknik sintesis nanopartikel silika. Teknik sintesis yang umum



digunakan yaitu proses sol-gel pada temperatur ruangan 25°C dengan mengontrol reaktan pada perbandingan pelarut atau menggunakan template sebagai kontrol ukuran partikelnya. Skema di bawah ini merupakan teknik sintesis nanopartikel silika yang umum digunakan dengan menggunakan reagen dan bahan yang lain yang sering digunakan, namun tidak menutup kemungkinan untuk menggunakan reagen dan bahan yang lain sesuai dengan aplikasi yang diinginkan (Lieberman, et al., 2014).

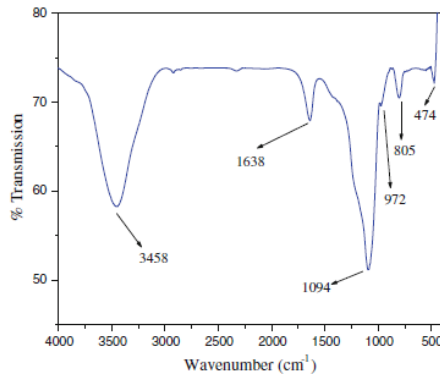
2.8 State of The Art (Penelitian Terdahulu)

Pada penelitian (Adam, et al., 2011) ini melakukan sintesis mesopori silika nanopartikel dengan morfologi berbentuk bola yang disintesis dari sekam padi. Nanopartikel cukup menarik dan potensial untuk diteliti dan diaplikasikan. Beberapa jurnal menjelaskan aplikasi dari nanosilika diantaranya sebagai adsorben, material pendukung untuk katalis heterogen, pada manufaktur elektronik semikonduktor, sebagai isolasi termal, pada sintesis keramik (silika karbida dan silika nitrida), serta pada fabrikasi beton. Penelitian ini memanfaatkan sekam padi sebagai bahan dasar silika, dimana sekam padi merupakan biomassa pada bidang pertanian. Penggunaan sekam padi ini dikarenakan biayanya murah dan mudah untuk didapatkan. Pada proses sintesis digunakan metode yang sederhana yaitu dengan metode sol-gel pada kondisi ambien, temperatur ruangan (sekitar 30°C) dan tanpa menggunakan template. Pada tahap preparasinya dilakukan proses ekstraksi silika dari sekam padi tanpa adanya proses kalsinasi.

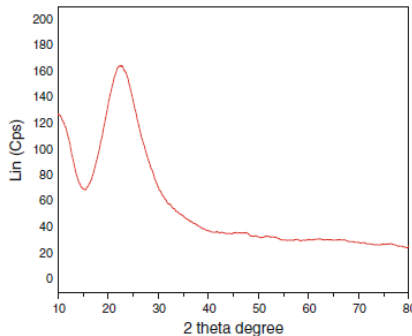


Gambar 2.14 Isotermal adsorpsi-desorpsi nitrogen dan distribusi ukuran poros RH-Silika (Adam, et al., 2011)

Gambar 2.14 merupakan hasil analisis adsorpsi-desorpsi nitrogen, silika sekam padi menunjukkan luas permukaan BET sebesar $245 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Silika nanopartikel memiliki distribusi ukuran pori yang sempit antara 5,6 sampai 9,6 nm. Sedangkan berdasarkan hasil analisa EDX menunjukkan adanya unsur karbon (C), oksigen (O), dan silika (Si). Si dan O mengindikasikan terbentuknya ikatan siloksan (Si-O-Si) dan kelompok silanol (Si-OH) yang menunjukkan kadar karbon yang rendah dari sekam padi dari hasil pengujian FTIR, Gambar 2.15, serta silika yang dihasilkan berupa amorfus yang ditunjukkan dengan lebar dan tingginya intensitas peak yang dihasilkan ($2\theta = 22^\circ$) dari hasil pengujian XRD, Gambar 2.16.



Gambar 2.15 Spektra FTIR RH-Silika (Adam, et al., 2011)

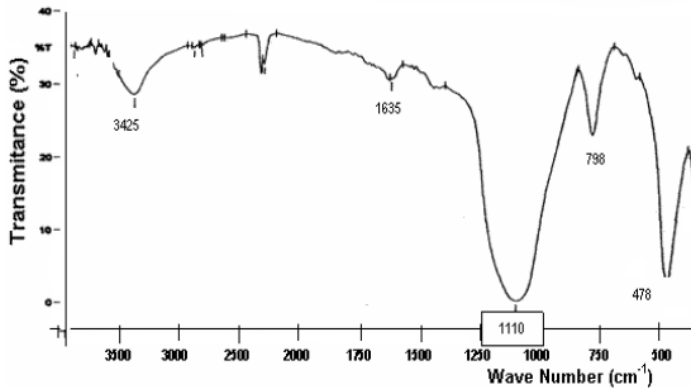


Gambar 2.16 Difraktogram X-ray dari RH-Silika (Adam, et al., 2011)

Selanjutnya, pada penelitian (Suyanta dan Kuncaka, 2011) ini melakukan sintesis mesopori silika Mobil Composition of Matter No. 41, MCM-41, dengan memanfaatkan sekam padi. Pada penelitian ini, peneliti memanfaatkan sekam padi sebagai sumber silika dalam sintesis mesopori silika MCM-41 dengan melihat bahwa ekstraksi silika dari sekam padi dapat menghasilkan silika amorfus murni hingga mencapai lebih dari 95%. Sehingga pada penelitian ini, peneliti ingin mensintesis mesopori silika MCM-41 dari sekam padi (produknya

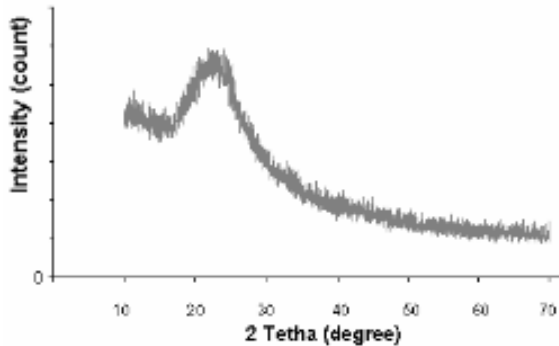


dilambangkan dengan RH-MCM-41) dan dari Sodium silikat komersial (produk dilambangkan dengan Si-MCM-41) dengan produk yang sama. Sekam yang digunakan berasal dari Bantul, Yogyakarta, Indonesia. Metode sintesis yang digunakan adalah metode sol-gel yang diikuti dengan perlakuan hidrotermal pada temperatur 110°C selama 36 jam.



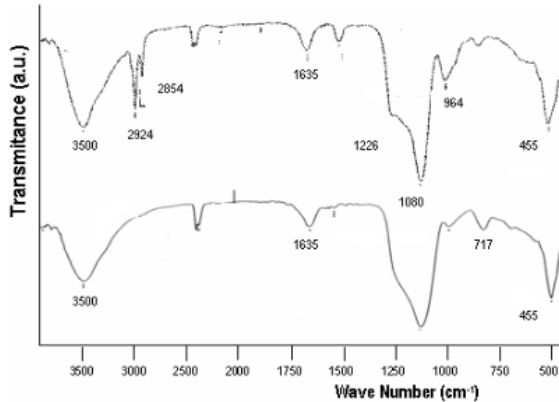
Gambar 2.17 Spektra FTIR silika hasil ekstraksi sekam padi (Suyanta & Kuncaka, 2011)

Berdasarkan hasil karakterisasi yang telah dilakukan pada sampel, didapatkan hasil sebagai berikut. Hasil sampel ekstraksi silika dari sekam padi berupa serbuk kasar yang berwarna coklat terang. Pada hasil uji FTIR yang ditunjukkan oleh Gambar 2.17 menunjukkan intensitas yang asimetris, peregangan simetris, dan *bending vibration* untuk ikatan Si-O-Si pada masing-masing gelombang 1110, 798, dan 478 cm^{-1} . Sedangkan untuk pita serapan berada di sekitar 960 cm^{-1} tidak terdeteksi. Hal ini menunjukkan bahwa tidak ada grup silanol. Sedangkan pada Gambar 2.18 menunjukkan difraktogram XRD sampel dalam kisaran $2\theta = 20\text{-}80^{\circ}$ dan tidak adanya puncak kecuali pada $2\theta = 23^{\circ}$ sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel tersebut dalam fasa amorfus.

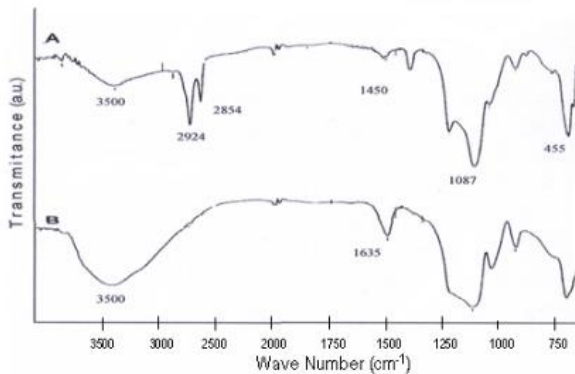


Gambar 2.18 Difraktogram silika hasil ekstraksi sekam padi (Suyanta & Kuncaka, 2011)

Pada gambar 2.19 dan 2.20 menunjukkan spektrum FTIR dari RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 sebelum dan setelah dilakukan kalsinasi. Sintesis MCM-41 pada kedua sampel menunjukkan tidak adanya perbedaan yang cukup signifikan. Pada kondisi sebelum kalsinasi kedua sampel menunjukkan n-C-H dan d-C-H peregangan getaran molekul surfaktan pada bilangan gelombang sekitar 2924 dan 2854 cm^{-1} . Pada panjang gelombang sekitar 3500 cm^{-1} menunjukkan silanol pada permukaan luar (eksternal) dan molekul air yang diserap, sedangkan getaran deformasi molekul teradsorpsi menyebabkan penyerapan pita di sekitar 1635 cm^{-1} . Pita pada 717 cm^{-1} dihubungkan dengan getaran oleh template organik.



Gambar 2.19 Spektra FTIR RH-MCM-41 (A) sebelum kalsinasi dan (B) setelah kalsinasi (Suyanta & Kuncaka, 2011)



Gambar 2.20 Spektra FTIR Si-MCM-41 (A) sebelum kalsinasi dan (B) setelah kalsinasi (Suyanta & Kuncaka, 2011)

Pada kondisi setelah dikalsinasi, spektrum pada kedua sampel menunjukkan pita yang cukup tajam pada sekitar 1080 dan 1226 cm^{-1} dari bilangan gelombang masing-masing menunjukkan karakteristik getaran simetris dan asimetris peregangan ikatan O-Si-O masing-masing. Ikatan ini adalah



bagian dari silikat polimer dibentuk dalam perlakuan hidrotermal. Sebuah pita penyerapan luas di wilayah hidroksil antara 3000 dan 3700 cm^{-1} dengan maksimum di kisaran 3450-3500 cm^{-1} yang diamati dalam kedua sampel. Pita ini dikaitkan dengan peregangan getaran kelompok Si-O-H. Karena muncul dari banyak kelompok Si-O-H setelah kalsinasi, intensitas pita serapan kedua sampel meningkat secara signifikan. Band sekitar 964 cm^{-1} terkait dengan simetris Si-O-H peregangan getaran, sementara band sekitar 455 cm^{-1} ditugaskan untuk modus lentur SiO_4 . Tidak ada sebuah pita serapan pada 2924 dan 2854 cm^{-1} yang menunjukkan asimetris dan simetris peregangan getaran $-\text{CH}_2-$. Hal ini dapat dikaitkan dengan pembakaran yang sempurna untuk menghilangkan surfaktan pada perlakuan kalsinasi. Pita-pita ini menunjukkan bahwa RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 telah berhasil disintesis.

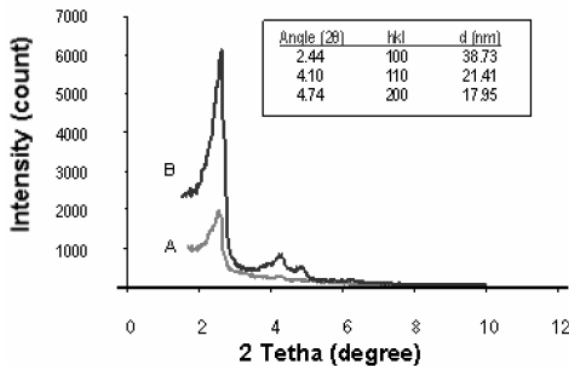
Berdasarkan pengujian XRD, didapatkan pola XRD seperti yang ditunjukkan Gambar 2.21 dari sampel sebelum dan setelah kalsinasi dari RH-MCM-41. Pada difraktogram sampel setelah kalsinasi RH-MCM-41 menunjukkan tiga puncak yang dapat diindeks sebagai 100, 110, dan 200 dan parameter kisi, a_0 , sebesar 44.71 Å. Pada difraktogram dari MCM-41 yang diterbitkan oleh Beck, et al. (1992) menampilkan 4 puncak dengan indeks Miller 100, 110, 200, dan 210 dan parameter kisi sebesar 45 Å. Sedangkan Kresge, et al. (1992) melaporkan difraktogram MCM-41 dengan indeks Miller 100, 110, 200, dan 210 dan parameter sebesar kisi 40 Å. Puncak utama pada $2\theta=2-3^\circ$ menunjukkan struktur heksagonal dari MCM-41, sedangkan puncak lemah lainnya pada $2\theta=4-6^\circ$.

Setelah kalsinasi di udara pada 823 K selama 10 jam dengan laju pemanasan $2^\circ/\text{menit}$, Intensitas puncak XRD meningkat sekitar 3 kali dibandingkan dengan sebelum kalsinasi RH-MCM-41. Hasil ini mencerminkan bahwa tingkat pemesanan

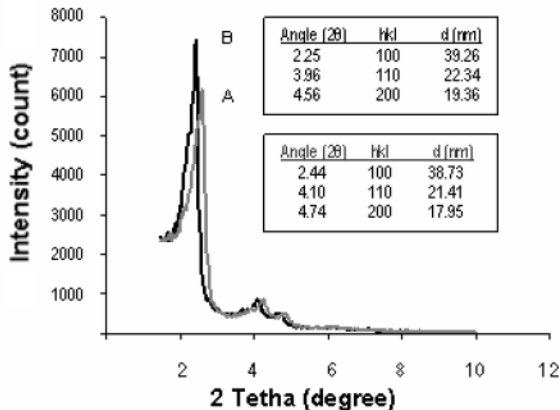


secara signifikan menghapus surfaktan. Selain itu, setelah kalsinasi 2θ dari puncak utama mengalami pergeseran ke nilai yang lebih tinggi, yakni $25,4^\circ$ untuk sampel sebelum kalsinasi dan 26° untuk sampel dikalsinasi, yang menunjukkan kontraksi kisi. Kontraksi kisi ini disebabkan oleh penghapusan template dan kondensasi dari kelompok silanol (Si-OH).

Pada Gambar. 2.22 menunjukkan perbandingan pola XRD dari sampel dikalsinasi RH-MCM-41 dan Si-MCM-41. Pola XRD dari Si-MCM-41 menunjukkan sedikit lebih tinggi dalam resolusi dan intensitas hasil kristalinitas sedikit lebih tinggi daripada RH-MCM-41. Selain itu, pada sampel dikalsinasi-RH-MCM-41 menunjukkan nilai puncak 2θ yang lebih tinggi menunjukkan bahwa sampel memiliki dinding pori yang lebih tipis dibandingkan dengan Si-MCM-41. Silika komersial murni dapat melakukan polimerisasi yang lebih sempurna daripada RH dalam pembentukan dinding pori.



Gambar 2.21 Pola XRD RH-MCM-41: (A) sebelum dan (B) setelah kalsinasi (Suyanta & Kuncaka, 2011)



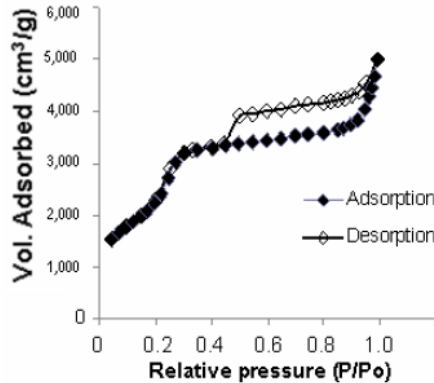
Gambar 2.22 Pola XRD (A) sampel kalsinasi-RH-MCM-41 dan (B) sampel kalsinasi Si-MCM-41 (Suyanta & Kuncaka, 2011)

Pada pengujian adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen dari RH-MCM-41 ditunjukkan oleh Gambar 2.23. Menurut klasifikasi IUPAC menunjukkan bahwa isotherm tipe IV yang diperoleh untuk bahan ini. Hal ini dapat diamati bahwa langkah yang terdefinisi terjadi pada kurva adsorpsi pada tekanan relatif P/P_0 dari 0,2-0,3 menunjukkan pengisian mesopori dimana pori mengisi (dengan kondensasi kapiler) untuk sampel yang terbatas, yang merupakan fitur khas untuk mesopori MCM-41. Hasil ini bertepatan dengan hasil pola XRD.

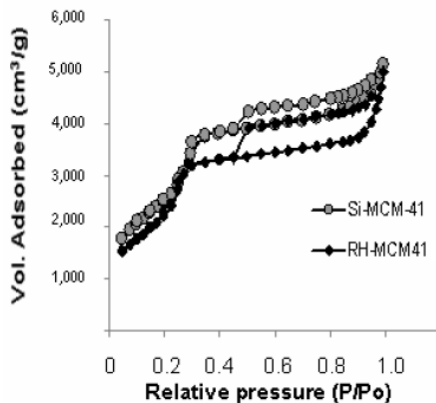
Pada Gambar 2.24 adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen merupakan perbandingan dari sampel RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 yang telah dikalsinasi. Hal ini dapat diamati bahwa kedua sampel memiliki kurva adsorpsi-desorpsi nitrogen yang sejenis. Sifat pori RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 dalam penelitian ini dan RH-MCM-41 yang dilaporkan oleh Siriluk dan Yuttapong disajikan pada Tabel 2.5. Menurut Tabel 2.5, tidak ada perbedaan yang signifikan diamati dalam sifat pori MCM-41 dibuat dari RH dan silika komersial dalam penelitian ini. Hasil penelitian menunjukkan bahwa sekam dapat digunakan sebagai bahan baku



dalam sintesis MCM-41. Karakterisasi bagian dan sifat pori-pori MCM-41 yang disintesis dari sekam padi mirip dengan MCM-41 yang disintesis dari *Sodium silicate* komersial.



Gambar 2.23 Adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen RH-MCM-41 (Suyanta & Kuncaka, 2011)



Gambar 2.24 Adsorpsi-desorpsi isothermal nitrogen RH-MCM-41 dan Si-MCM-41 yang dikalsinasi (Suyanta & Kuncaka, 2011)

**Tabel 2.5** Sifat pori dari sampel (Suyanta & Kuncaka, 2011)

Sample	Specific surface area, S_{BET} , (m^2/g)	Mean pore diameter, d_{mp} (nm)	Lattice parameter, a_o (nm)	Pore walls thickness, W_i (nm)
RH-MCM-41 (prepared from rice husk silica)	903.423	3.276	4.414	1.138
Si-MCM-41 (prepared from commercial silica)	946.607	3.357	4.533	1.176
RH-MCM-41 reported by Siriluk and Yuttapong (2005)	730	2.2	*)	*)

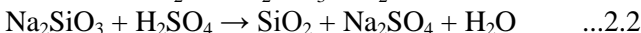
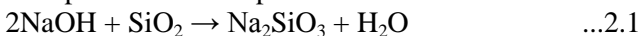
*) Not reported

Pada penelitian (Le, et al., 2007) ini melakukan sintesis nanopartikel silika dari sekam padi Vietnam dengan metode sol-gel. Sekam padi digunakan sebagai prekursor silika karena abu sekam padi (*rice husk ash/RHA*) merupakan salah satu sumber penghasil silika yang kandungannya mencapai 90% sampai 98% silika. Selain itu juga silika pada abusekam padi ini dapat dihasilkan dalam fasa amorfus dan memiliki luas permukaan yang cukup tinggi. Metode sol-gel dipilih karena metode ini merupakan metode yang cukup sering digunakan. Metode ini terdiri dari dua reaksi, yakni hidrolisis dan kondensasi. Di dalam menghasilkan silika dari sekam padi, dilakukan beberapa tahapan eksperimen, mulai dari perlakuan awal dari sekam padi menjadi abu sekam padi, persiapan pembuatan larutan *Sodium silicate*, dan sintesis silika nanopartikel. Setil trimetil amonium bromida (CTABr) merupakan salah satu surfaktan yang digunakan sebagai template. Selain itu, juga digunakan Setil amin (CA), Setil amonium klorida (CAC), Arkopal, Polietilen glikol (PEG), Aliquat 336, Alkil dimetil benzil amonium klorida (ADBAC), dan Setilpiridinium bromida (CPB). Konsentrasi template yang digunakan sebesar 2 wt.% yang dilarutkan di dalam air atau butanol sebagai pelarut. Kemudian, untuk CTABr juga digunakan konsentrasi 0,5, 1, 1,5, 2, 2,5, dan 3 wt.% yang dilarutkan di dalam air atau butanol.

Komposisi kimia dari abu sekam padi sebelum dan setelah dilakukan perlakuan dengan asam ditunjukkan pada Tabel 2.6. Perlakuan termal dan asam yang efisien, menghasilkan bahan dengan pengurangan kadar yang tinggi pada K_2O , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , dan MgO yang ditunjukkan pada Tabel 2.6. Silika (SiO_2)



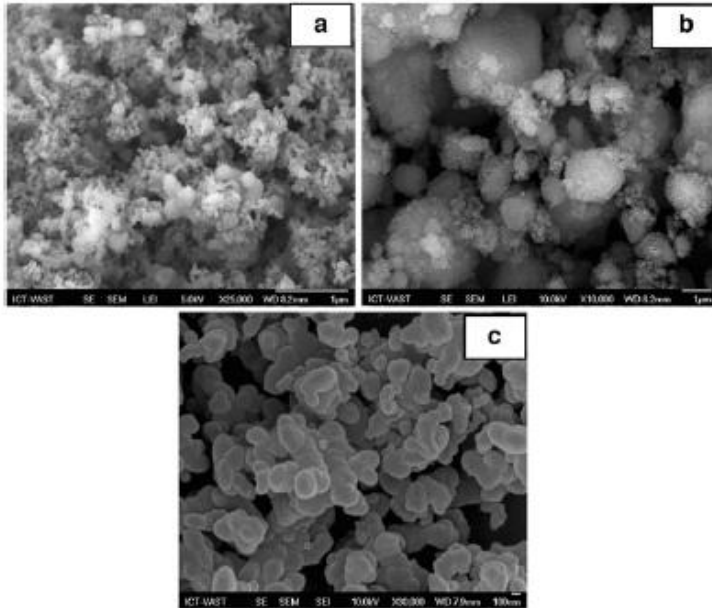
pada abu sekam padi tidak terlarut dalam perlakuan asam dengan H_2SO_4 . Nanopartikel silika diperoleh melalui reaksi berikut ini.



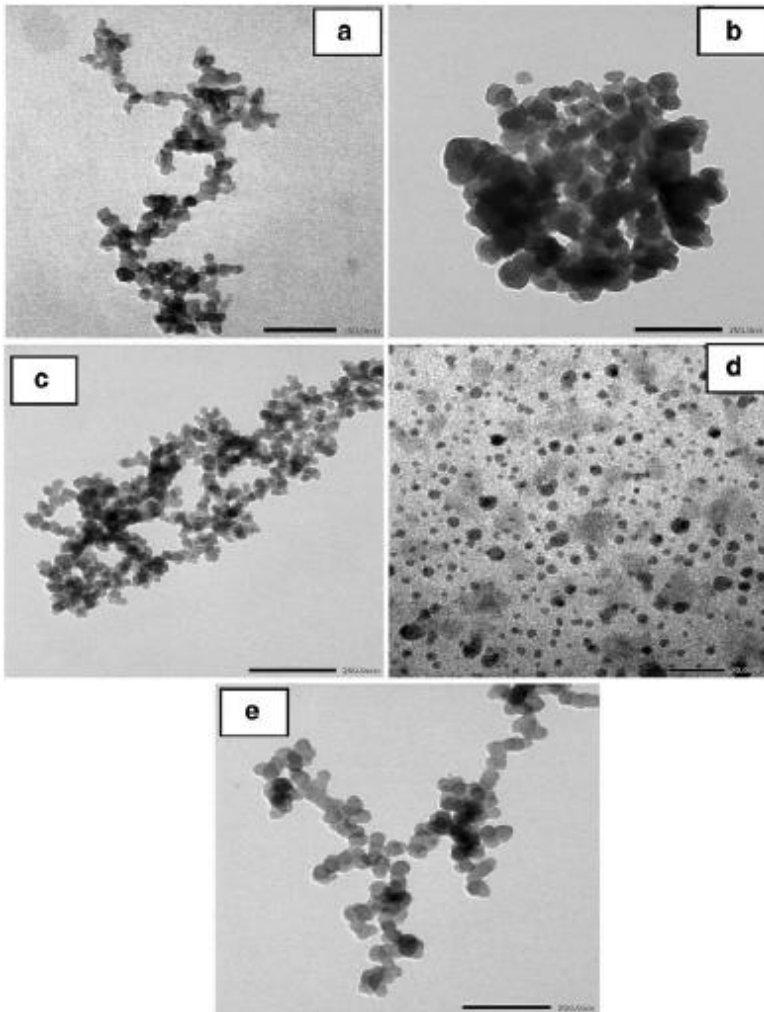
Tabel 2.6 Komposisi kimia dari abu sekam padi dianalisa menggunakan AAS (Le, et al., 2007)

Component (wt.%)	K ₂ O	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	SiO ₂
Before treatment	0.39	0.48	0.15	0.73	0.55	0.12	96.15
After treatment	0.01	0.06	0.04	0.04	0.06	0.01	99.08

Untuk menentukan pengaruh dari *surface-active substances* terhadap ukuran partikel digunakan dua jenis surfaktan yakni netral/kelompok 1 (CAC, PEG, dan Arkopal) dan kationik/kelompok 2 (CAC, Aliquat 336, ADBAC, CPB, dan CTABr). Pada Gambar 2.25 menunjukkan hasil uji SEM dari kelompok 1, sedangkan Gambar 2.26 menunjukkan hasil uji TEM dari kelompok 2. Berdasarkan hasil uji tersebut, dapat dianalisa bahwa zat aktif permukaan kationik tidak melapisi permukaan partikel secara seragam. Selain itu, karena energi permukaan yang tinggi dan kelompok -OH bebas pada permukaan silika menghasilkan ikatan hidrogen dengan molekul air, ketika silika tersebar diisolasi dari pelarut, ikatan hidrogen ini juga dihapus membentuk ikatan Si-O-Si dan menghasilkan ukuran yang lebih besar. Sedangkan pada zat aktif permukaan kelompok 2 menghasilkan distribusi ukuran partikel silika yang lebih seragam. Ukuran partikel rata-rata yang dihasilkan sebesar 20 nm pada penggunaan template Aliquat 336, ADBAC, dan CPC, sedangkan pada penggunaan CTABr diperoleh ukuran partikel antara rentang 2 sampai 4 nm.



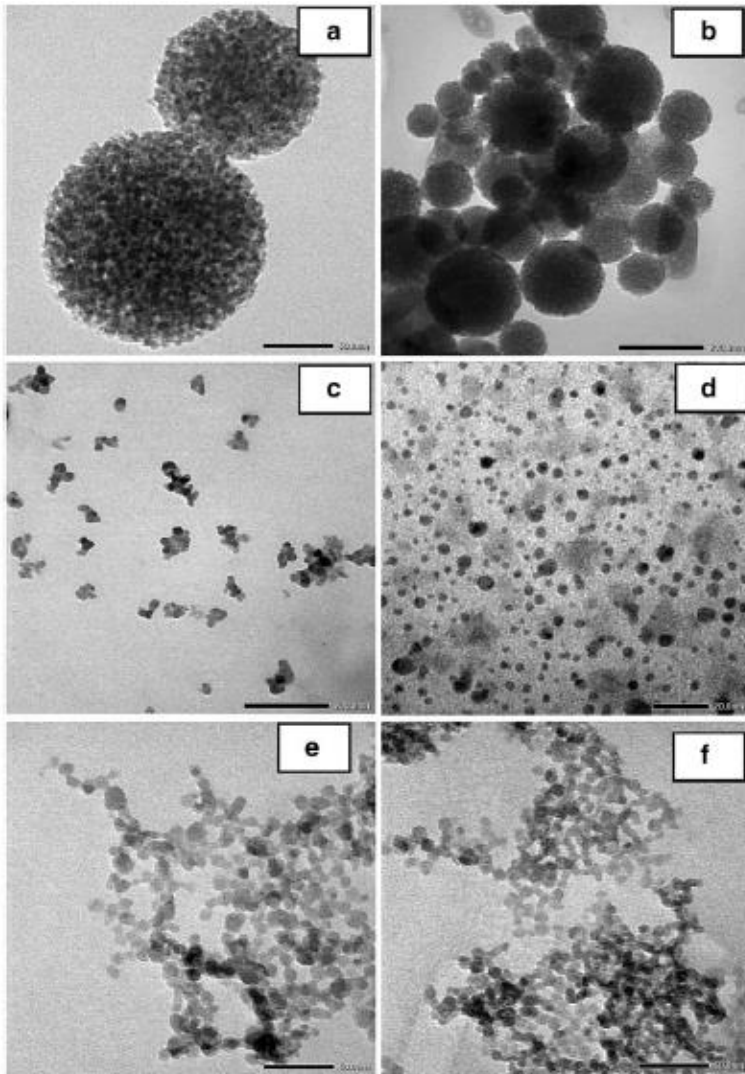
Gambar 2.25 Mikrografi SEM dari silika nanopartikel dengan template (a) CAC, (b) Arkopal, dan (c) PEG (Le, et al., 2007)



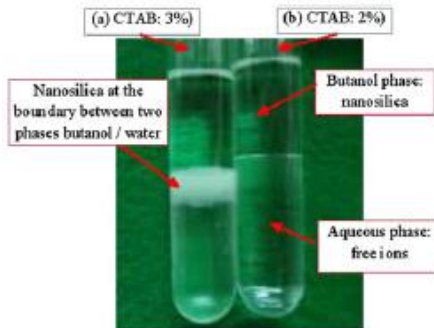
Gambar 2.26 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel dengan surfaktan (a) CAC, (b) ABDAC, (c) Aliquat 336, (d) CTABr, dan (e) CPB (Le, et al., 2007)



Dalam rangka mengoptimalkan kondisi pembentukan nanopartikel silika, pengaruh konsentrasi CTABr diselidiki. Percobaan yang dilakukan bervariasi konsentrasi dari 0 sampai 3 wt.% dari total massa silika. Mikrografi TEM nanopartikel silika yang diperoleh pada konsentrasi CTABr berbeda ditunjukkan pada Gambar 2.24. Hal ini dapat jelas terlihat bahwa partikel silika yang terbentuk adalah agregat dan ukuran yang dihasilkan berkisar dari beberapa nanometer sampai beberapa ratus nanometer. Meningkatkan konsentrasi surfaktan antara 0,5-2,0 wt.% (Gambar 2.27a, b, c, d), menghasilkan ukuran partikel dan dispersi yang seragam. Di atas nilai konsentrasi surfaktan tersebut, ukuran partikel menjadi lebih besar dan menyebabkan agregasi. Hal ini menunjukkan bahwa 2 wt.% CTABr adalah konsentrasi terbaik untuk melindungi permukaan silika, dimana nanopartikel silika seragam (Gambar 2.27d), yang mengarah ke kombinasi silika dan CTABr tersebar sepenuhnya dalam pelarut butanol, sebagai ditunjukkan pada Gambar 2.28b (tidak ada agen hidrofilik polar). Ketika konsentrasi CTABr meningkat 2,5-3,0 wt.% Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.27e, f, menunjukkan penampilan partikel kecil, sedangkan yang didistribusikan seragam dan cenderung menggumpal, serta nanopartikel silika tidak didistribusikan di pelarut butanol ketika konsentrasi CTABr meningkat (Gambar 2.28a).

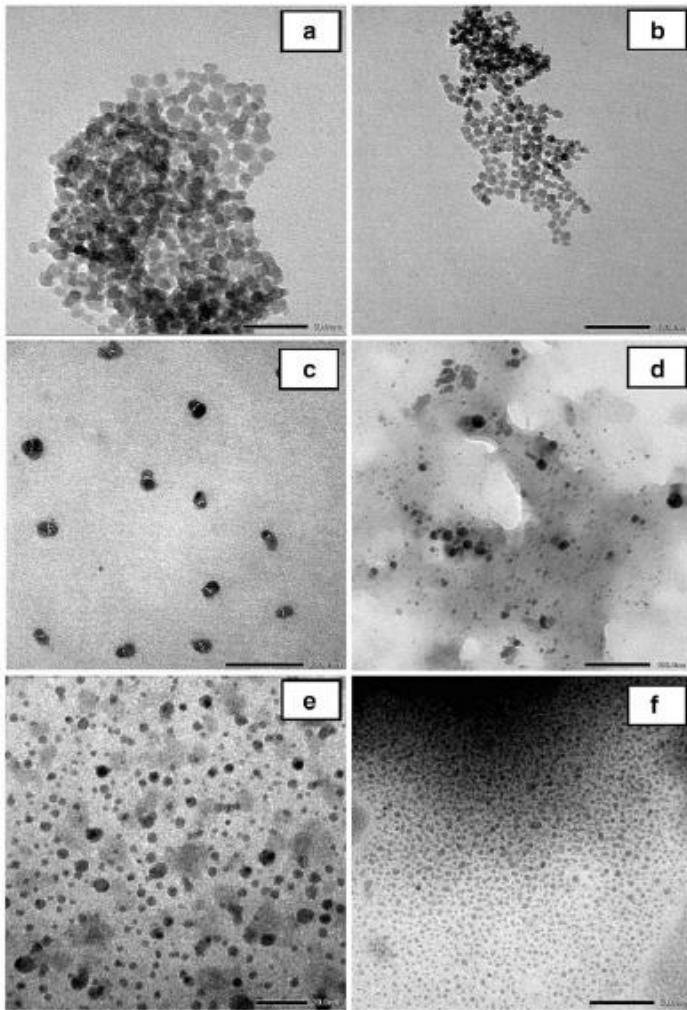


Gambar 2.27 Mikrografi TEM silika nanopartikel dari CTABr pada (a) 0.5, (b) 1, (c) 1.5, (d) 2, (e) 2.5, dan (f) 3 wt.% (Le, et al., 2007)



Gambar 2.28 Silika nanopartikel terdispersi pada pelarut air/butanol (Van Hai Le, et al., 2007)

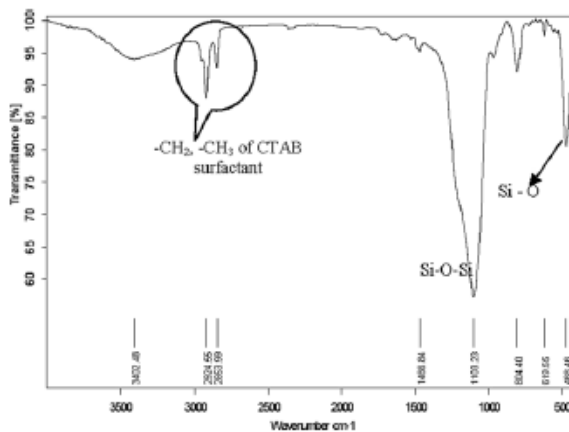
Selain itu, waktu *aging* berpengaruh terhadap distribusi ukuran partikel. Hal ini terlihat jelas pada mikrografi TEM, Gambar 2.29, yang terlihat jelas bahwa distribusi ukuran partikel menjadi sempit dengan bertambahnya waktu penuaan. Ketika waktu *aging* mencapai 8 jam, nanopartikel silika terdispersi secara merata dalam pelarut. Hal ini dapat dikaitkan dengan fakta bahwa waktu *aging* memainkan peran penting dalam distribusi ukuran partikel. *Aging* merupakan proses pelarutan dan *reprecipitation* yang didorong oleh adanya perbedaan kelarutan. Berdasarkan teori *aging*, selama proses *aging* gel silika, partikel silika yang lebih kecil dilarutkan dan partikel silika *reprecipitated* ke partikel yang lebih besar dengan meningkatnya waktu *aging*. Pada saat waktu *aging* meningkat menjadi 8 jam, gel silika mencapai kesetimbangan pembubaran. Jadi, partikel silika terdispersi merata dalam pelarut.



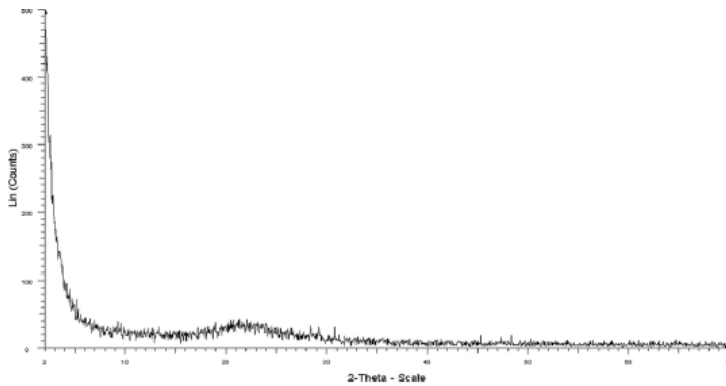
Gambar 2.29 Mikrografi TEM silika nanopartikel pada waktu *aging* selama (a) 3, (b) 5, (c) 6 (c), (d) 7, (e) 8, dan (f) 12 jam (Le, et al., 2007)



Spektrum FTIR dari nanopartikel silika dikeringkan pada 100°C ditunjukkan pada Gambar 2.30, masing-masing menunjukkan puncak pada 1103 , 804 , dan 488 cm^{-1} adalah asimetris, simetris, dan mode lentur SiO_2 . Pita serapan yang luas pada 3402 cm^{-1} dan puncak pada 1466 cm^{-1} untuk sampel disebabkan oleh gugus $-\text{OH}$. Pita serapan pada 2924 dan 2853 cm^{-1} disebabkan oleh pembengkokan $-\text{CH}_2$ dan $-\text{CH}_3$ dari surfaktan CTABr. Spektrum FTIR acara menunjukkan puncak C-H pada 2924 dan 2853 cm^{-1} , jelas menunjukkan modifikasi organik dari permukaan nanopartikel dan nanopartikel silika yang diperoleh pada bagian amorf. Selain itu, puncak karakteristik yang sesuai dengan struktur silika kristal tidak jelas diamati pada $2\theta = 22^{\circ}$ di difaktogram XRD dari Gambar 2.31, menunjukkan bahwa sampel hampir amorfus.



Gambar 2.30 Spektra FTIR nanopartikel silika (Le, et al., 2007)



Gambar 2.31 Difaktogram nanopartikel silika (Le, et al., 2007)

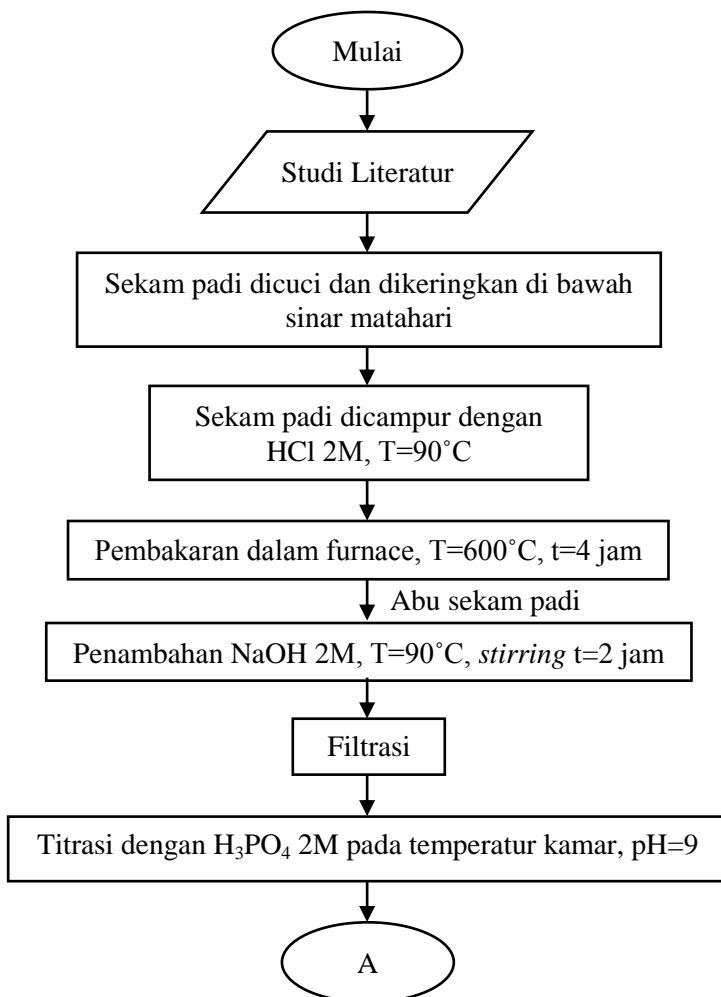


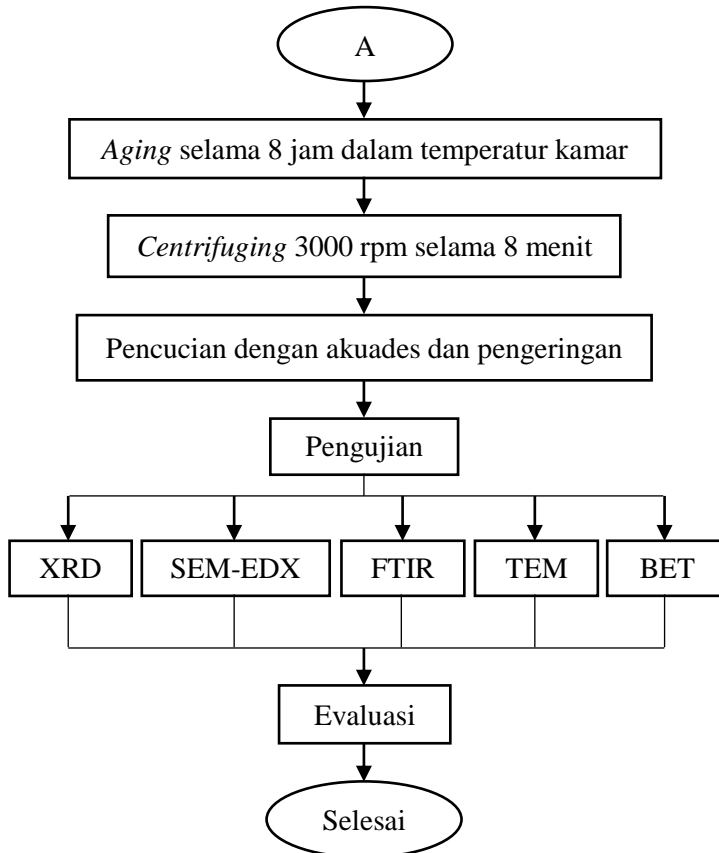
(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III METODOLOGI PERCOBAAN

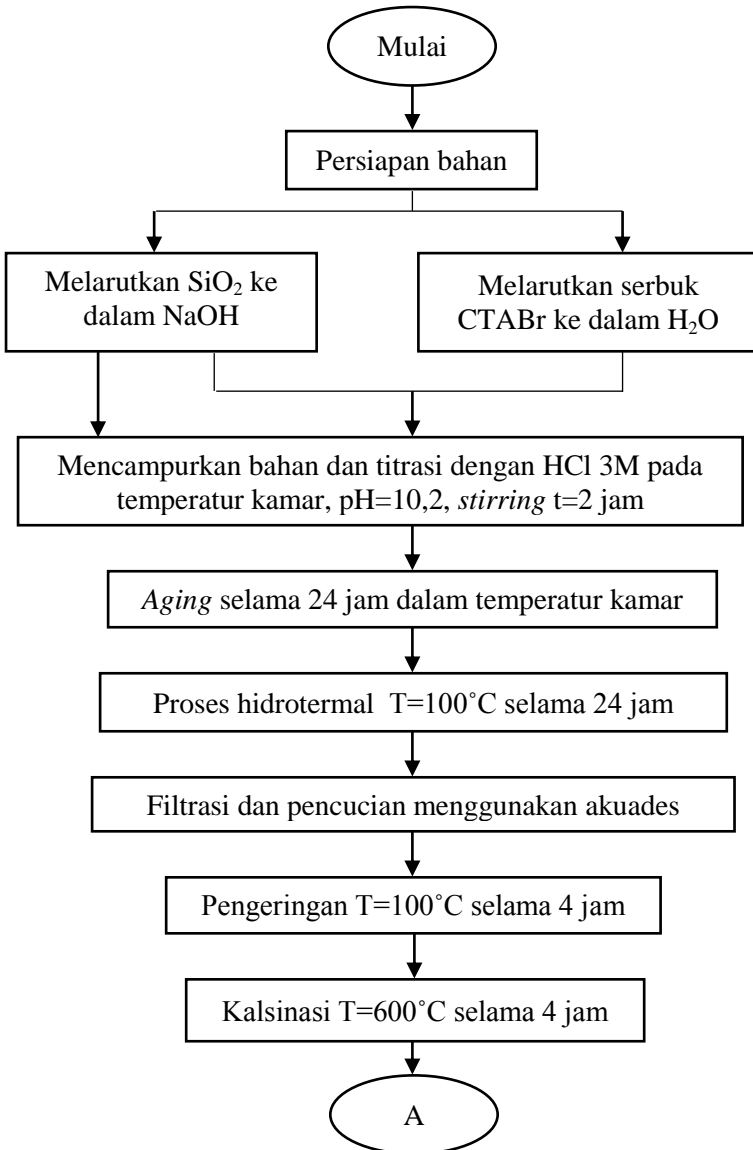
3.1 Diagram Alir

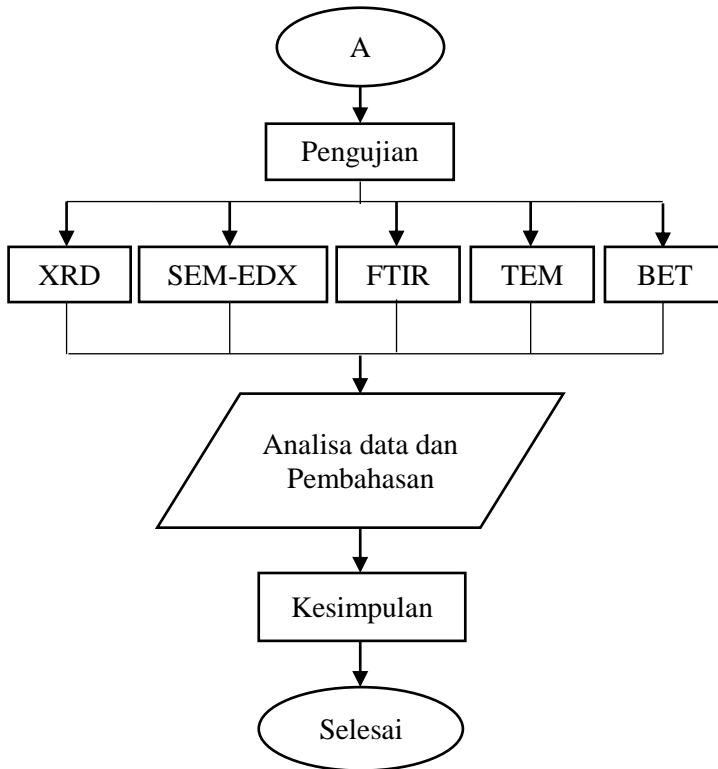
Pada penelitian ini terdapat dua tahapan yang dilakukan, yakni tahap ekstraksi silika dari sekam padi dan sintesa *Mesoporous Silica Nanoparticles (MSNp)*.





Gambar 3.1 Diagram alir proses ekstraksi silika





Gambar 3.2 Diagram alir pembuatan silika nanopartikel mesopori (*MSNp*)

3.2 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sekam padi
2. Larutan Asam klorida (HCl) 37%
3. Pellet Natrium hidroksida (NaOH)
4. Larutan Hidrogen peroksida (H_2O_2)
5. Akuades
6. Serbuk Setiltrimetil amonium bromida (CTABr) 99%



3.3 Alat-alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Timbangan Digital

Timbangan digital digunakan untuk mengukur massa serbuk.



Gambar 3.3 Timbangan digital

2. *Spatula*

Spatula digunakan untuk mengambil serbuk yang digunakan.



Gambar 3.4 Spatula

3. *Crusible*

Crusible digunakan sebagai wadah spesimen saat kalsinasi maupun *sintering*.



Gambar 3.5 *Crucible* ukuran 50 mL

4. *Muffle Furnace*

Muffle furnace digunakan untuk proses pengeringan dan kalsinasi.



Gambar 3.6 *Muffle furnace*

5. Kertas Saring

Kertas saring digunakan untuk memisahkan ampas hasil dari reaksi sekam padi dengan larutan NaOH 1 M dan endapan *mesoporous silica*.



Gambar 3.7 Kertas saring Jepang

6. Gelas Ukur

Gelas ukur digunakan untuk mengukur volum larutan yang digunakan.



Gambar 3.8 Gelas ukur

7. *Beaker Glass*

Beaker glass digunakan sebagai wadah spesimen saat pencampuran, pengadukan, maupun pencucian dengan akuades.



Gambar 3.9 *Beaker glass*

8. Erlenmeyer
Erlenmeyer digunakan sebagai wadah spesimen saat metode sol-gel.



Gambar 3.10 Erlenmeyer

9. Kertas pH
Kertas pH digunakan untuk mengukur pH pada spesimen.



Gambar 3.11 Kertas pH

10. *Buchner Funnel*

Buchner funnel digunakan untuk proses penyaringan yang dipasangkan pada labu penyaring dan pompa penghisap. *Buchner funnel* yang digunakan merupakan hasil buatan sendiri.



Gambar 3.12 *Buchner funnel* hasil modifikasi penulis

11. Kompresor

Kompresor berfungsi sebagai pompa penghisap yang dihubungkan pada labu penyaring.



Gambar 3.13 Kompresor (pompa penghisap)

12. *Centrifuge*

Centrifuge digunakan untuk memisahkan bahan tersuspensi dari medianya.



Gambar 3.14 *Centrifuge*

13. *Autoclave*

Autoclave digunakan untuk mensterilkan suatu benda atau media.



Gambar 3.15 *Autoclave*



14. *Hot Plate and Magnetic stirrer*

Hot plate and magnetic stirrer digunakan untuk menghomogenkan suatu larutan dengan pemanasan maupun pengadukan.



Gambar 3.16 *Hot plate and magnetic stirrer*

15. Pengujian

SEM-EDX, XRD, FTIR, TEM, BET *surface analysis*.

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Persiapan Bahan

Sekam padi dicuci terlebih dahulu hingga bersih untuk menghilangkan kotoran, seperti tanah yang dapat larut dengan air. Kemudian, sekam padi dijemur di bawah sinar matahari langsung hingga kering. Lamanya waktu penjemuran menyesuaikan dengan keringnya sekam padi.

3.4.2 Ekstraksi Silika dari Sekam Padi

Ekstraksi silika (SiO_2) dilakukan dengan cara menambahkan HCl 2M sebanyak 100 mL sambil dipanaskan dengan temperatur 90°C selama 2 jam. Kemudian dicuci hingga mencapai pH 7 dan dibakar dalam *muffle furnace* 600°C selama 4 jam. Hasil pembakaran tersebut, abu sekam padi, sebanyak 4 gram direaksikan dengan NaOH 2M sebanyak 67 ml dengan *stirring* 90°C selama 2 jam. Setelah itu dibiarkan mendingin dan disaring ampasnya menggunakan kertas saring. Larutan hasil



saringan dititrasi dengan larutan H_3PO_4 2M sedikit demi sedikit hingga pH mencapai 9. Setelah itu, dibiarkan 8 jam untuk proses *aging*.

Proses *aging* selesai, dimasukkan dalam mesin *centrifuge* dengan kecepatan putar sebesar 3000 rpm selama 8 menit, kemudian dilanjutkan dengan mencuci endapan yang terbentuk dengan akuades. Endapan tersebut dicuci minimal 4 kali hingga mencapai pH=7. Endapan tersebut kemudian dilakukan pengeringan (*drying*) dengan temperatur 100°C selama 2 jam. Hasil dari proses pengeringan tersebut diambil sampel kemudian dilakukan pengujian.

3.4.3 Proses Pembuatan *Mesoporous Silica Nanoparticles* (MSNp)

3.4.3.1 Persiapan Bahan untuk Metode Sol-gel

Dalam tahap ini, bahan-bahan yang digunakan adalah silika hasil ekstraksi dari sekam padi (SiO_2), Natrium hidroksida (NaOH), Asam klorida (HCl), dan Setiltrimetil amonium bromida (CTABr) dihitung perbandingan molarnya dalam larutan. Variasi CTABr yang digunakan adalah 1, 1,25, 1,5, 1,75, dan 2 wt.% sehingga didapat perbandingan yang berbeda untuk pembuatan silika nanopartikel mesopori (MSNp). Serbuk CTABr dilarutkan sesuai perbandingan ke dalam akuades dan diikuti pengadukan selama 2 jam. Selanjutnya, 2 gram SiO_2 dilarutkan dengan 2,64 gram NaOH yang telah dilarutkan ke dalam akuades sebanyak 33 mL diikuti dengan pengadukan selama 30 menit, sehingga didapatkan *Sodium silicate* (Na_2SiO_3). Kemudian, larutan Na_2SiO_3 ditambahkan ke dalam larutan CTABr dengan cara meneteskan sedikit demi sedikit diikuti dengan pengadukan selama 1 jam. Setelah dilakukan pengadukan, menambahkan HCl 3M ke dalam campuran larutan hingga mencapai pH=10,2 diikuti dengan pengadukan hingga terbentuk gel dan dilanjutkan dengan pengadukan selama 2 jam. Kemudian, didiamkan selama 24 jam dalam temperatur kamar (proses *aging*).



3.4.3.2 Proses Hidrotermal

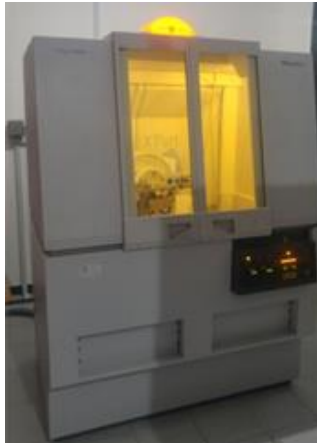
Setelah melakukan proses di atas, gel yang terbentuk diberi perlakuan hidrotermal dengan *muffle furnace* dalam temperatur 100°C selama 24 jam. Kemudian, endapan yang terbentuk dipisahkan dengan *Buchner funnel* dan endapan tersebut dicuci dengan akuades, serta dilakukan proses pengeringan di udara terbuka pada temperatur 100°C selama 4 jam. Untuk menghilangkan template, CTABr, hasil sintesis dikalsinasi pada temperatur 600°C selama 24 jam.

3.4.4 Pengujian

Pengujian dilakukan untuk mengetahui fasa, gugus fungsi, struktur dan ukuran porus dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*) dengan variasi komposisi dalam pembentukannya. Pengujian yang dilakukan sebagai berikut.

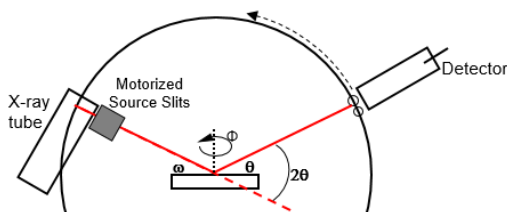
3.4.4.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat fasa-fasa yang terbentuk dari silika maupun silika nanopartikel mesopori (*MSNp*). Uji difraksi Sinar-X (XRD), Gambar 3.17, dilakukan menggunakan seperangkat alat yang disebut difraktrometer Sinar-X. Karakterisasi ini dilakukan pada semua spesimen uji untuk melihat struktur kristal dan fase-fase yang terbentuk.



Gambar 3.17 Alat uji XRD PANalytical

Tahap pertama yang dilakukan dalam analisa sinar-X adalah melakukan analisa pemeriksaan terhadap sampel yang belum diketahui strukturnya. Sampel ditempatkan pada titik fokus hamburan sinar-X yaitu tepat di tengah-tengah *plate* yang digunakan sebagai tempat yaitu sebuah plat tipis yang berlubang di tengah berukuran sesuai dengan sampel (*pellet*) dengan perekat pada sisi baliknya.



Gambar 3.18 Skema Alat Uji XRD

Secara umum prinsip kerja XRD ditunjukkan oleh Gambar 3.18 berikut:

1. Generator tegangan tinggi berfungsi sebagai catu daya sumber sinar-X.



2. Sampel berbentuk pelet diletakkan diatas tatakan yang dapat diatur.
3. Berkas sinar-X didifraksikan oleh sampel dan difokuskan melewati celah, kemudian masuk ke alat pencacah. Apabila sampel berputar sebesar 2θ maka alat berputar sebesar θ .
4. Intensitas difraksi sinar-X direkam dalam bentuk kurva terhadap jarak antara bidang d.

Analisa yang dilakukan pada hasil XRD menggunakan analisa sebagai berikut:

1. Analisa Kualitatif

Dilakukan dengan menggunakan cara manual, yakni pencocokan puncak kurva dari data terukur hasil XRD dengan data ICDD.

2. Analisa Kuantitatif

Analisa kuantitatif dilakukan untuk menghitung ukuran kristal yang terbentuk dari data XRD.

Analisa kuantitatif berdasarkan hasil XRD dapat dilakukan dengan rumus sebagai berikut.

$$a_0 = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}} \quad \dots 3.1$$

Rumus di atas digunakan untuk menghitung nilai *unit cell parameter* (a_0).

3.4.4.2 Scanning Electron Microscope (SEM)

Pengujian SEM dilakukan terhadap silika nanopartikel mesopori (*MSNp*) dan hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pada prinsipnya *Scanning Electron Microskop* (SEM), Gambar 3.19, berfungsi sebagai *tools* (peralatan) untuk melihat struktur permukaan material dengan resolusi tinggi. Skema alat uji SEM ditunjukkan pada Gambar 3.20. Adapun cara kerja dari SEM adalah *electron gun* memproduksi *electron beam*, anoda menangkap *electron beam* untuk kemudian diarahkan ke sampel kemudian serangkaian lensa magnetik memfokuskan beam ini



dan menembakkan ke sampel, *scanner* membaca struktur permukaan sampel selanjutnya menangkap sinyal dari *secondary* dan *back scattered electron* untuk dikirim ke sistem kontrol sehingga dapat dilihat gambarnya pada monitor dan dapat dicetak bila diperlukan. Sampel metalografi yang digunakan pada pengujian SEM dilapisi dengan karbon dan lapisan emas putih yang digunakan antara cetakan sampel dan stub untuk mencegah *charging*.



Gambar 3.19 Alat uji SEM-EDX FEI tipe Inspect S-50

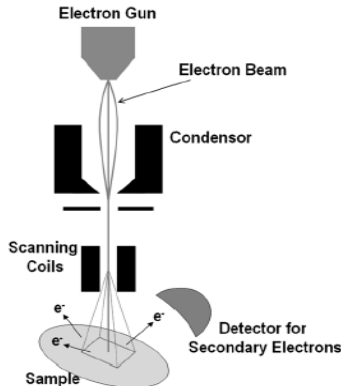
Pengujian SEM dilakukan terhadap hasil ekstraksi silika dari sekam padi untuk mengetahui morfologi dari material tersebut. Pengujian SEM dilakukan dalam 2 tahap:

a. Tahap preparasi

Sampel berupa pelet diletakkan pada *holder* yang telah disiapkan.

b. Tahap pengujian

Serbuk yang telah diletakkan pada *holder* dimasukkan ke dalam mesin uji, kemudian gambar muncul pada layar komputer.



Gambar 3.20 Skema Alat Uji SEM

3.4.4.3 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Tujuan pengujian ini adalah untuk mengetahui gugus fungsi dari sekam padi dan hasil dari ekstraksi silika.

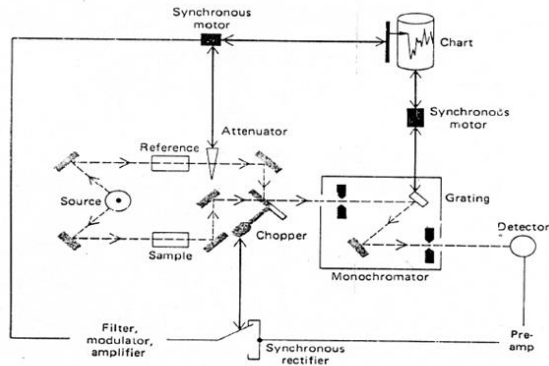
Sistem optik *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red (FTIR)*, Gambar 3.21, ini dilengkapi dengan cermin yang bergerak tegak lurus dan cermin yang diam. Dengan demikian radiasi infra merah akan menimbulkan perbedaan jarak yang ditempuh menuju cermin yang bergerak (M) dan jarak cermin yang diam (F). Perbedaan jarak tempuh radiasi tersebut adalah 2 yang selanjutnya disebut sebagai retardasi (δ). Hubungan antara intensitas radiasi IR yang diterima detektor terhadap retardasi disebut sebagai interferogram. Sedangkan sistem optik dari Spektrofotometer Infra Red yang didasarkan atas bekerjanya interferometer disebut sebagai sistem optik *Fourier Transform Infra Red*.



Gambar 3.21 Alat uji FTIR

Pada sistem optik *Fourier Transform Infra Red* digunakan radiasi LASER (*Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*) yang berfungsi sebagai radiasi yang diinterferensikan dengan radiasi infra merah agar sinyal radiasi infra merah yang diterima oleh detektor secara utuh dan lebih baik.

Detektor yang digunakan dalam *Spektrofotometer Fourier Transform Infra Red* adalah *Tetra Glycerine Sulphate* (disingkat TGS) atau *Mercury Cadmium Telluride* (disingkat MCT). Detektor MCT lebih banyak digunakan karena memiliki beberapa kelebihan dibandingkan detektor TGS, yaitu memberikan respon yang lebih baik pada frekuensi modulasi tinggi, lebih sensitif, lebih cepat, tidak dipengaruhi oleh temperatur, sangat selektif terhadap energi vibrasi yang diterima dari radiasi infra merah. Skema alat uji FTIR ini ditunjukkan pada Gambar 3.22.



Gambar 3.22 Skema Alat Uji FTIR

3.4.4.4 *Transmission Electron Microscope (TEM)*

Tujuan pengujian ini adalah untuk mendapatkan resolusi yang tinggi hasil pengamatan mikrostruktur dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*). Gambar 3.23 merupakan alat uji TEM.

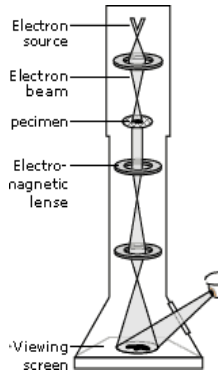


Gambar 3.23 Alat uji TEM JEOL JEM 1400 (sumber gambar: www.google.com)



Prinsip kerja dari TEM menyerupai prinsip kerja *slide projector*. TEM bekerja dengan cara yang sama seperti *slide projector*, namun sinar cahaya pada proyektor diganti dengan *electron beam* yang akan menembus spesimen. Transmisi cahaya ini lalu diproyeksikan ke layar fosfor dan membentuk sebuah hasil berupa image atau gambar untuk dilihat oleh penggunanya.

Gambar 2.24 merupakan skema alat uji TEM. *Electron source* pada bagian atas menggambarkan *electron gun* yang menghasilkan arus elektron yang monokromatis. Arus ini terfokus menjadi arus yang kecil, tipis dan koheren dengan menggunakan lensa condenser 1 dan 2. Lensa pertama berfungsi untuk mengatur ukuran spot, yaitu ukuran akhir dari titik yang akan menyerang sampel. Lensa kedua berfungsi untuk mengubah ukuran spot pada sampel, yaitu mengubah arus elektron yang sebelumnya berpendar menjadi sebuah titik. Arus tersebut akan terhalang oleh *condenser aperture*, menghasilkan pantulan dengan sudut yang besar dan akan menghasilkan titik di ujung pantulan yang menuju ke tengah. Arus elektron tersebut akan menembus sampel dan bagian-bagian yang dapat dilaluinya. Arus yang dapat tembus difokuskan oleh lensa objektif untuk menghasilkan gambar. Celah objektif dan celah area yang dipilih dapat menghambat *electron beam*, celah objektif menghasilkan kontras dengan membelok elektron dengan sudut yang besar, celah area terpilih memungkinkan pengguna untuk meneliti pola-pola difraksi dari elektron melalui keteraturan susunan atom dalam sampel. Gambar akan melewati lensa *intermediate* dan lensa proyektor dimana gambar ini akan mengalami pembesaran atau pelebaran. Gambar akan menuju layar fosfor dan cahaya akan muncul, sehingga pengguna dapat melihat gambar tersebut. Bagian gelap pada gambar menunjukkan bahwa di daerah itu hanya ada sedikit elektron yang lewat. Bagian yang terang menggambarkan bahwa di daerah itu lebih banyak elektron yang lewat.



Gambar 3.24 Skema Alat Uji TEM

3.4.4.5 BET Surface Analysis

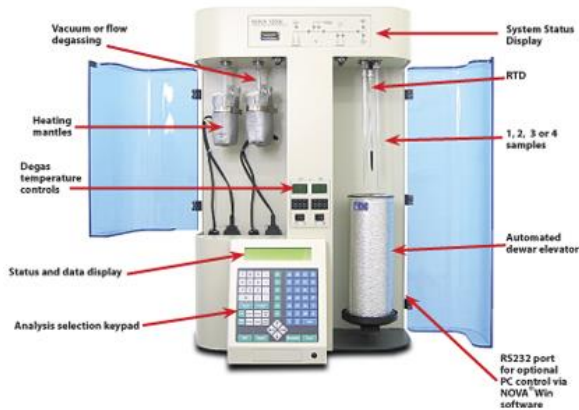
BET Surface Analysis digunakan untuk untuk menentukan luas permukaan material, distribusi pori dari material, dan isoterm adsorpsi suatu gas dari silika nanopartikel mesopori (*MSNp*).

Pengujian ini menggunakan alat uji berupa *Surface Area Analysis (SAA)*, seperti yang ditunjukkan pada Gambar 3.25. Prinsip kerja dari alat ini dengan menggunakan mekanisme adsorpsi gas, umumnya nitrogen, argon dan helium, pada permukaan suatu bahan padat yang akan dikarakterisasi pada temperatur konstan biasanya temperatur didih dari gas tersebut. Alat uji ini pada dasarnya hanya mengukur jumlah gas yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada tekanan dan suhu tertentu. Secara sederhana, jika kita mengetahui berapa volume gas spesifik yang dapat diserap oleh suatu permukaan padatan pada suhu dan tekanan tertentu dan kita mengetahui secara teoritis luas permukaan dari satu molekul gas yang diserap, maka luas permukaan total padatan tersebut dapat dihitung.

Alat uji ini hanya memerlukan sampel dalam jumlah yang kecil. Biasanya berkisar 0,1 sampai 0,01 gram saja. Persiapan utama dari sampel sebelum dianalisa adalah dengan menghilangkan gas-gas yang terserap (*degassing*). Alat *Surface*

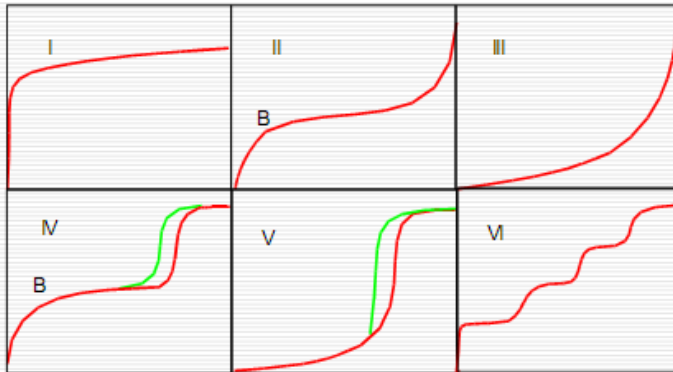


Area Analyzer ini terdiri dari dua bagian utama yaitu Degasser dan Analyzer.



Gambar 3.25 Skema Alat Uji SAA (fisisorpsi)

Metode BET ini menganggap bahwa molekul padatan yang paling atas berada pada kesetimbangan dinamis. Ini berarti jika permukaan hanya dilapisi oleh satu molekul saja, maka molekul-molekul gas ini berada dalam kesetimbangan dalam fase uap padatan. Jika terdapat dua atau lebih lapisan, maka lapisan teratas berada pada kesetimbangan dalam fase uap padatan. Bentuk isoterm tergantung pada macam gas adsorbat, sifat adsorben dan struktur pori.



Gambar 3.26 Enam tipe kurva isoterm adsorpsi sesuai dengan IUPAC

Berdasarkan pengujian yang dilakukan, akan didapatkan kurva isoterm adsorpsi. Kurva isoterm adsorpsi terdiri dari 6 tipe menurut IUPAC yang ditunjukkan pada Gambar 3.26. Keenam tipe kurva tersebut dapat dijelaskan sebagai berikut.

1. Tipe I berbentuk konkaf terhadap aksis P/P_0 , merupakan tipe Langmuir, dengan ciri-ciri pembatasan adsorpsi pada monolayer. Tipe ini diamati pada adsorpsi kimia (kemisorpsi), pada tekanan jauh dibawah P_0 . Sedangkan pada adsorpsi fisika (fisorpsi) mengindikasikan material mikropori. Pengisian mikropori ini dilakukan pada tekanan relatif yang rendah karena kecilnya ukuran pori dan tingginya potensi adsorpsi.
2. Tipe II adalah sangat umum dalam kasus adsorpsi fisika dan sesuai dengan pembentukan multilayer dan adsorpsi pada sampel bubuk. Biasanya terjadi pada material non-pori atau makropori. Titik belok (titik B) menunjukkan proses pada monolayer sudah selesai dan adsorpsi multilayer dimulai.
3. Tipe III berbetuk konveks terhadap aksis P/P_0 . Tipe ini relatif jarang terjadi, sebagai contoh yaitu adsorpsi nitrogen pada polietilen, adsorpsi nitrogen pada es dan



dikarakterisasi oleh panas adsorpsi yang sama atau kurang dari panas *liquefaction adsorbat*.

4. Tipe IV dan V sesuai untuk fenomena kondensasi kapiler dan menunjukkan efek histeresis. Biasanya terjadi pada padatan berpori.
5. Tipe VI yaitu *Highly uniform surface, Layer by layer adsorption, Stepped isotherm*. Contohnya adsorpsi molekul non pori sederhana pada permukaan yang seragam (e.g. *basal plane of graphite*).

Analisa kuantitatif pada hasil BET dapat dilakukan perhitungan ukuran poros sebagai berikut berdasarkan hubungan antara nilai *interplanar spacing* hasil XRD dan isotermal nitrogen dengan menggunakan rumus di bawah ini.

$$S = b \cdot d \cdot \sqrt{\frac{\rho V_p}{1 + V_p}} \quad \dots 3.2$$

Dimana S = ukuran poros

b = *constant dependant*

d = *interplanar spacing*

V_p = volum mesoporus

ρ = densitas dinding poros (untuk material yang mengandung silika = 2.2 cm³ g)

Selain itu, dapat pula dilakukan perhitungan tebal dinding mesoporus dengan rumus di bawah ini.

$$\text{Tebal dinding} = \frac{2d_{100}}{\sqrt{3}} - D_{BJH} \quad \dots 3.3$$

Dimana :

D_{BJH} = diameter rata-rata poros Barret-Joyner-Halenda

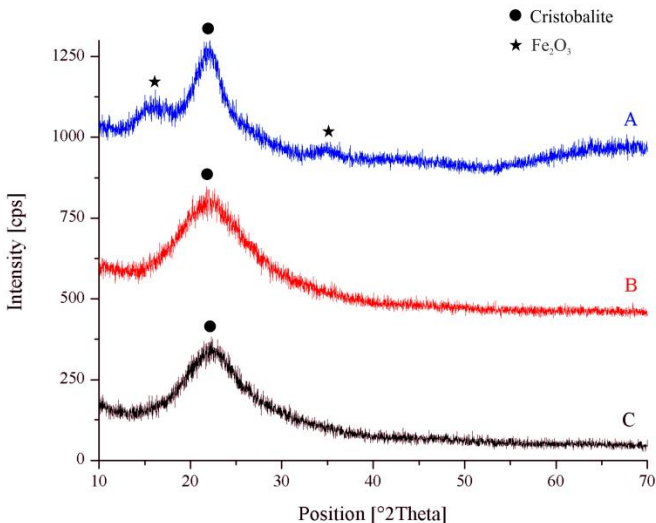
S_{BET} = luas permukaan Brunauer-Emmet-Teller

V_{total} = volum total poros

BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dengan mengacu pada rangkaian prosedur penelitian yang tercantum pada BAB III, maka diperoleh data-data XRD, FTIR, SEM-EDX, TEM, dan *BET surface analysis*. Komposisi kimia dari *sekam padi* dan abu sekam padi (*rice husk ash/RHA*) diperoleh dari pengujian EDX. Data hasil uji XRD pada sekam padi, abu sekam padi, silika hasil ekstraksi, dan silika nanopartikel mesopori digunakan untuk menentukan fasa yang terbentuk. Data hasil uji FTIR digunakan untuk menentukan gugus-gugus fungsi dari material. Data topografi permukaan dan pori diperoleh dari pengujian SEM dan TEM. Data luas permukaan dan ukuran pori diperoleh dari hasil uji *BET surface analysis* (uji fisisorpsi).

4.1 Analisa Data dan Pembahasan XRD



Gambar 4.1 Difraktogram dari sampel (A) Sekam padi sebelum dibakar, (B) Abu sekam padi hasil proses *leaching* HCl dan kalsinasi 600 °C, (C) SiO₂ hasil ekstraksi



Gambar 4.1 menunjukkan difraktogram XRD untuk sampel sekam padi sebelum dibakar, abu sekam padi hasil proses *acid-leaching* dengan menggunakan HCl dan kalsinasi 600°C, dan SiO₂ hasil ekstraksi. Pada hasil difraktogram tersebut, dapat dilihat bahwa grafik ketiga sampel berbentuk fasa amorfus. Difraktogram pada sekam (Gambar 4.1 (A)) menunjukkan grafik amorfus dengan nilai 2θ sebesar 22,1523°. Pada difraktogram abu sekam padi (Gambar 4.1 (B)) ditunjukkan grafik amorfus dengan puncak nilai 2θ sebesar 22,3659° yang memperlihatkan kurva yang lebar. Sedangkan difraktogram Silika (SiO₂) (Gambar 4.1 (C)) menunjukkan grafik amorfus dengan puncak 2θ sebesar 22,5410° dimana rentang 2θ untuk menghasilkan silika dengan fasa amorfus sebesar 20°-23°. Puncak-puncak tersebut menunjukkan silika dengan fasa cristobalite yang sesuai dengan RDF card ICDD #00-002-0285.

Selain itu, pada Gambar 4.1(A) menunjukkan pula puncak pada 2θ sebesar 15,0091°, 16,0601°, 34,8023°, 35,3278°, dan 37,2545°. Puncak-puncak tersebut menunjukkan senyawa Besi oksida (Fe₂O₃) berdasarkan PDF card ICDD #00-013-0458. Struktur kristal pada puncak-puncak tersebut adalah tetragonal.

Pada proses ekstraksi silika dari sekam padi dilakukan proses *acid leaching*, dengan menggunakan larutan asam klorida (HCl), dimana proses ini bertujuan untuk menghilangkan impuritas atau unsur lain selain unsur Si, khususnya unsur logam. Proses ini dilakukan sebelum dilakukan proses pembakaran di dalam *furnace*. Abu hasil pembakaran berwarna putih kecoklatan. Hal ini menunjukkan bahwa proses *acid leaching* dengan menggunakan asam klorida mampu menghilangkan pengotor-pengotor logam alkali yang terdapat pada sekam padi sehingga menghasilkan silika amorfus dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi. Peningkatan kemurnian silika yang diiringi oleh penurunan kandungan unsur selain silikon, seperti karbon (C), magnesium (Mg), kalsium (Ca), titanium (Ti), dan besi (Fe) yang ditunjukkan oleh Tabel 4.1 sebagai hasil pengujian EDX.

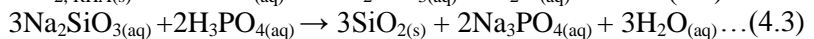
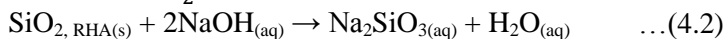
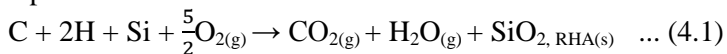


Tabel 4.1 Komposisi unsur hasil pengujian EDX dari sekam padi dan abu sekam padi

Unsur	Sekam padi (wt %)	Abu sekam padi (wt %)
C	28,00	00,85
O	43,56	41,12
Na	00,15	00,29
Mg	00,39	00,32
Si	23,46	54,38
S	00,20	00,47
K	00,41	00,41
Ca	00,78	00,71
Ti	00,92	00,36
Fe	02,13	01,08

Menurut Sapei, et al.(2015), pada saat proses *acid leaching*, logam-logam alkali seperti kalium (K) dan kalsium (Ca) akan mengalami proses penggaraman dengan adanya interaksi antara senyawa-senyawa yang mengandung logam tersebut dengan asam klorida. Sedangkan penurunan kadar logam-logam transisi seperti besi (Fe) akan terjadi pembentukan senyawa kompleks (ion kompleks). Kemudian, ion kompleks ini mampu berikatan dengan logam alkali seperti kalium (K) dan alkali tanah (Ca). Sehingga adanya pembentukan ikatan ini juga turut menyebabkan kadar unsur K dan Ca berkurang. Pada saat dilakukan pencucian dengan air, garam-garam dan senyawa-senyawa yang larut dalam air akan larut sehingga menyebabkan kandungan unsur tersebut berkurang.

Pada proses ekstraksi silika dari sekam padi ini, terjadi beberapa reaksi berikut ini.

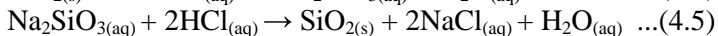
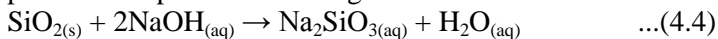




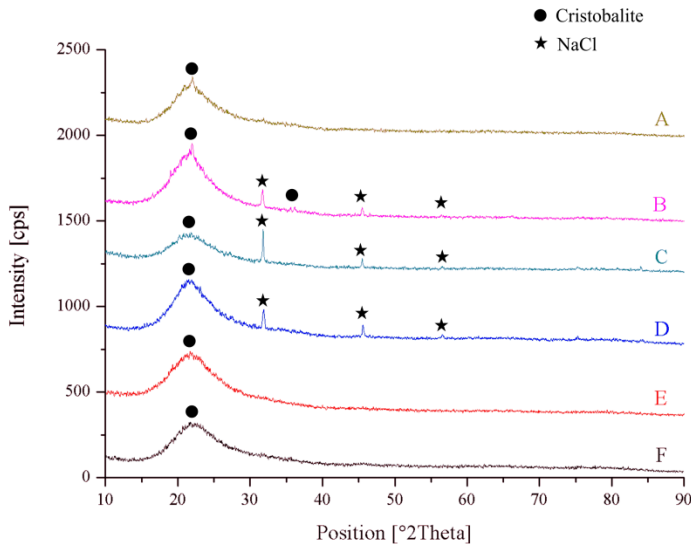
Reaksi (4.1) merupakan reaksi pada proses pembakaran di dalam *furnace* pada temperatur 600°C selama 4 jam dan didapatkan SiO_2 dalam bentuk abu sekam padi (*rice husk ash/RHA*), sedangkan Reaksi (4.2) merupakan reaksi pada proses penambahan NaOH . Reaksi (4.3) merupakan reaksi yang terjadi pada proses penambahan sedikit demi sedikit larutan H_3PO_4 dimana pada proses ini terbentuk gel yang berwarna putih.

Berdasarkan perbandingan ketiga kurva tersebut dan hasil pengujian EDX dapat disimpulkan bahwa untuk menghasilkan silika dengan fasa amorfus dapat digunakan sekam padi sebagai bahan dasar dengan melalui proses *acid leaching* menggunakan Asam klorida (HCl) sebagai *leaching agent*.

Pada proses kedua, yakni pembuatan silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) dibutuhkan surfaktan yang berfungsi sebagai *template*. Pada penelitian ini, digunakan surfaktan yakni Setiltrimetil amoniumbromida (CTABr). Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr) yang berfungsi sebagai *template* atau pengarah struktur kerangka pada proses pembuatan silika nanopartikel. Sehingga pada saat CTABr dicampurkan dengan *Sodium silicate* (Na_2SiO_3) tidak terjadi reaksi karena CTABr berfungsi sebagai *template* atau pengarah struktur kerangka pada proses pembuatan silika nanopartikel. Surfaktan dapat menentukan struktur dari suatu partikel, baik berupa struktur heksagonal, kubik, maupun lamellar. Reaksi yang terjadi dari proses pembuatan silika nanopartikel mesopori adalah sebagai berikut.



Reaksi (4.4) merupakan reaksi pada proses penambahan NaOH ke dalam serbuk SiO_2 sedangkan Reaksi (4.5) merupakan reaksi yang terjadi pada proses penambahan sedikit demi sedikit larutan HCl dimana pada proses ini juga terbentuk gel yang berwarna putih.



Gambar 4.2 Difraktogram dari sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt.%

Gambar 4.2 merupakan difraktogram hasil uji untuk sampel silika nanopartikel mesopori dengan komposisi Setiltrimetil amonium bromida (CTABr) sebesar 1, 1,25, 1,5, 1,75, dan 2 wt.% serta tanpa CTABr. Berdasarkan hasil difraktogram tersebut, terlihat perbedaan fasa dari ke-6 sampel uji. Pada sampel tanpa CTABr dan komposisi CTABr sebesar 1,75 dan 2 wt.% yang ditunjukkan pada Gambar 4.2(A), (E), dan (F), menunjukkan fasa amorfus dengan nilai puncak 2θ masing-masing sebesar $22,0502^\circ$, $22,0465^\circ$, dan $21,1159^\circ$ yang memperlihatkan kurva yang lebar. Sedangkan pada sampel dengan komposisi CTABr sebesar 1, 1,25, dan 1,5 wt.% yang ditunjukkan pada Gambar 4.2(B), (C), dan (D), menunjukkan fasa kristalin dengan masing-masing nilai puncak 2θ tertinggi secara berurutan pada nilai sebesar $22,0168^\circ$, $31,7732^\circ$, dan $21,6743^\circ$.



Difraktogram yang ditunjukkan oleh Gambar 4.2 merupakan difraktogram silika dengan fasa kristalin berupa cristobalite yang bersesuaian dengan PDF card ICDD #00-002-0285. Struktur kristal yang terbentuk tidak diketahui jika mengacu pada PDF card. Selain itu, difraktogram tersebut juga menunjukkan keberadaan senyawa Na dan Cl yang ditunjukkan pada puncak 2θ sebesar $31,7^\circ$, $45,4^\circ$, dan $56,4^\circ$. Puncak tersebut merupakan puncak dari senyawa Halite atau Natrium klorida (NaCl) berdasarkan PDF card ICDD #00-005-0628 dengan struktur kristalnya berupa kubik. Puncak yang tajam tersebut mengindikasikan adanya pembentukan Na dan Cl yang terjadi selama proses titrasi. Adanya senyawa NaCl pada sampel ini juga mengindikasikan bahwa proses pencucian pada gel kurang bersih sehingga masih ada NaCl yang terjebak pada material silika.

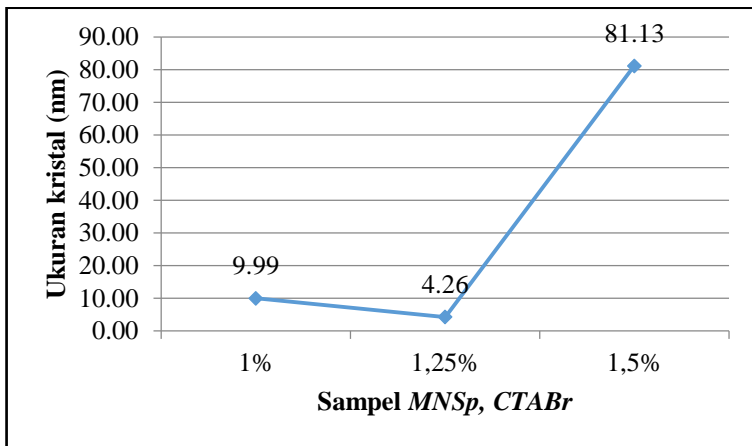
Selain untuk mengetahui bidang dan fasanya, data difraktogram tersebut dapat digunakan untuk menghitung ukuran kristal dari silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) dengan rumus Debye Scherrer seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.2.

$$D = \frac{0,9 \lambda}{B \cos \theta} \quad \dots(4.6)$$

D merupakan ukuran kristal dalam Å, λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam pengujian XRD yaitu 1,54056 Å, dan B adalah lebar setengah puncak dalam radian. θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak. Hasil XRD juga menunjukkan FWHM untuk dapat menentukan nilai B (rad). Dari perhitungan tersebut, didapatkan ukuran kristal silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) dengan komposisi CTABr sebesar 1, 1.25, dan 1.5 wt.%.

**Tabel 4.2** Ukuran kristal silika nanopartikel mesopori (*MNSp*)

Sampel, CTABr	λ (Å)	B (rad)	2θ (°)	D (Å)	D (nm)
1 wt.%	1,54056	0,01414	22,0168	99,894	9,99
1.25 wt.%	1,54056	0,03316	21,6743	42,572	4,26
1.5 wt.%	1,54056	0,00174	21,6743	811,315	81,13
1.75 wt.%	1,54056	0,00069	22,0465	(unmeasured)	(unmeasured)
2 wt.%	1,54056	0,00035	21,1159	(unmeasured)	(unmeasured)

**Gambar 4.3** Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromide (CTABr) terhadap ukuran kristal dari sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*)

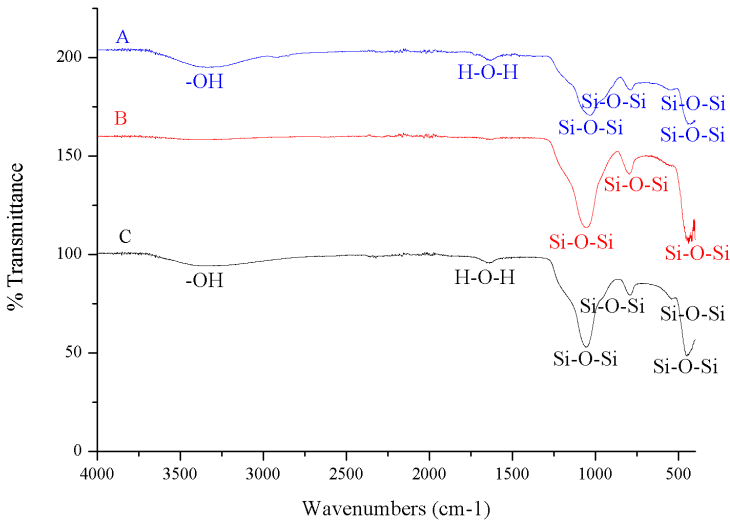
Berdasarkan grafik ukuran kristal seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.3, nilai ukuran kristal mengalami penurunan kemudian kenaikan nilai. Untuk sampel dengan komposisi CTABr 1 wt.% memiliki ukuran kristal sebesar 9,99 nm. Untuk sampel dengan komposisi CTABr 1,25 wt.% memiliki



ukuran kristal sebesar 4,26 nm. Sedangkan untuk sampel dengan komposisi CTABr 1,5 wt.% memiliki ukuran kristal sebesar 81,13 nm. Untuk sampel CTABr dengan komposisi 1,75 dan 2 wt.% tidak dapat dihitung ukuran kristalnya karena merupakan *unmeasured nanomaterial* yang berbentuk fasa amorfus. Pori pada kedua sampel tersebut menyebabkan bentuk kurva yang melebar sehingga ukuran partikelnya tidak dapat dihitung (*unmeasured*). Kurva yang melebar sendiri dapat menugindikasikan fasa amorfus pada suatu material atau menunjukkan ukuran kristal nanomaterial dengan fasa amorfus. Bila ditinjau berdasarkan hasil tersebut pengaruh dari variasi komposisi surfaktan CTABr yang semakin tinggi dapat meningkatkan ukuran kristal silika. Hal ini didukung pula berdasarkan hasil penelitian Warsito dkk. (2016) menyatakan bahwa variasi komposisi surfaktan n-CTAMBr yang semakin tinggi akan meningkatkan ukuran kristal material zeolit. Akan tetapi, terdapat anomali yang ditunjukkan pada sampel *MNSp*, *CTABr 1,25 w.%* dimana ukuran kristalnya menurun. Hal ini dapat terjadi akibat pengaruh adanya kandungan senyawa Natrium klorida (NaCl) pada sampel tersebut.



4.2 Analisa Data dan Pembahasan FTIR



Gambar 4.4 Spektra FTIR dari sampel (A) Sekam padi (B) Abu sekam padi (*RHA*) dan (C) Silika hasil ekstraksi (SiO_2)

Tabel 4.4 Gugus fungsi pada sampel sekam padi, abu sekam padi, dan silika hasil ekstraksi

Sekam padi			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	$3338,63 \text{ cm}^{-1}$	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH, dan penyerapan molekul air
2.	$1637,33 \text{ cm}^{-1}$	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
3.	$1033,65 \text{ cm}^{-1}$	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
4.	$789,54 \text{ cm}^{-1}$	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
5.	$548,81 \text{ cm}^{-1}$	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri Si-O pada ikatan Si-O-Si



6.	426,32 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk Si-O pada ikatan Si-O-Si
Abu sekam padi			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1054,00 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	797,55 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	440,27 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
4.	422,65 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
5.	418,11 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
6.	406,83 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
Silika hasil ekstraksi			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	3345,94 cm^{-1}	-OH	Pita vibrasi ulur gugus -OH dari ikatan silanol, Si-OH, dan penyerapan molekul air
2.	1654,03 cm^{-1}	H-O-H	Pita vibrasi tekuk dari molekul air
3.	1057,49 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
4.	792,16 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
5.	533,31 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
6.	448,92 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk Si-O pada ikatan Si-O-Si



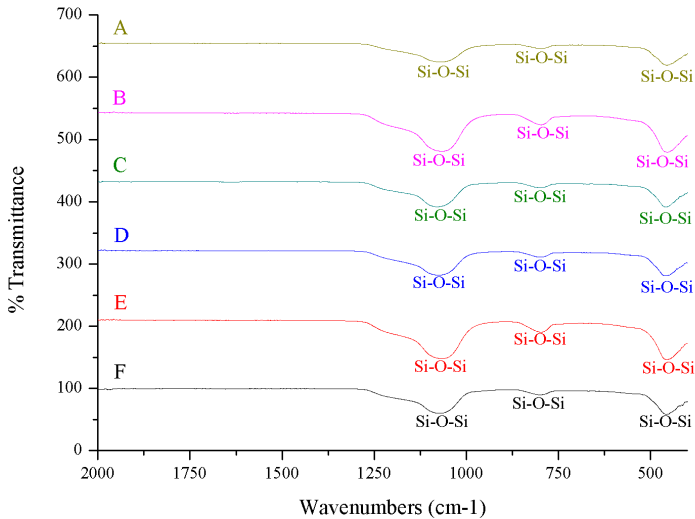
Gambar 4.4 merupakan spektra FTIR untuk prosedur penelitian ekstraksi silika dari sekam padi. Spektra FTIR tersebut merupakan hasil uji untuk sampel sekam padi sebelum dibakar, abu sekam padi hasil proses *acid-leaching* dengan menggunakan HCl dan kalsinasi 600°C, dan SiO₂ hasil ekstraksi. Pada spektra FTIR sampel sekam padi, Gambar 4.4 (A), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1033,65 cm⁻¹, 789,54 cm⁻¹, 548,81 cm⁻¹, dan 426,32 cm⁻¹ yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta pada bilangan gelombang 3338,63 cm⁻¹ dan 1637,33 cm⁻¹ merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol dan vibrasi tekuk dari molekul air yang terjebak pada matriks silika. Sedangkan pada spektra FTIR sampel abu sekam padi, Gambar 4.4 (B), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1054,00 cm⁻¹, 797,55 cm⁻¹, 440,27 cm⁻¹, 422,65 cm⁻¹, 418,11 cm⁻¹, dan 406,83 cm⁻¹ yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si.

Pada spektra FTIR sampel silika hasil ekstraksi, Gambar 4.4 (C), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1057,49 cm⁻¹, 792,16 cm⁻¹, 533,31 cm⁻¹, dan 448,92 cm⁻¹ yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk ikatan Si-O-Si serta gugus -OH dengan pita yang melebar pada bilangan gelombang 3345,94 cm⁻¹ dan 1654,03 cm⁻¹ merupakan pita vibrasi ulur gugus -OH dari silanol (Si-OH) dan vibrasi tekuk dari molekul air (H-O-H) yang terjebak pada matriks silika.

Pada sampel abu sekam padi sudah tidak menunjukkan adanya gugus -OH, sehingga hal ini menunjukkan bahwa pada proses pembakaran pada temperatur 600°C cukup efektif dalam penghilangan senyawa-senyawa organik. Di samping itu, silika yang diperoleh dari sekam ini bersifat hydrous, dimana ditunjukkan oleh adanya gugus -OH pada rentang bilangan gelombang 3700-3200 cm⁻¹ serta H-O-H yang teradsorpsi pada rentang bilangan gelombang 1630-1600 cm⁻¹. Hal ini



menunjukkan bahwa terdapat molekul air yang teradsorpsi pada permukaan silika.



Gambar 4.5 Spektra FTIR dari sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1.25 wt.%, (D) CTABr 1.5 wt.%, (E) CTABr 1.75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt%

Tabel 4.5 Gugus fungsi pada sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*)

<i>MNSp, tanpa CTABr</i>			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1069,34 cm ⁻¹	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	795,98 cm ⁻¹	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	456,10 cm ⁻¹	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
<i>MNSp, CTABr 1 wt.%</i>			
No.	Bilangan	Gugus	Keterangan



	gelombang	fungsi	
1.	1065,86 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	796,83 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	455,33 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
<i>MNSp, CTABr 1.25 wt. %</i>			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1077,52 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	798,64 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	459,77 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
<i>MNSp, CTABr 1.5 wt. %</i>			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1073,56 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	798,06 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	460,48 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
<i>MNSp, CTABr 1.75 wt. %</i>			
No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1069,83 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	799,63 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	456,06 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si
<i>MNSp, CTABr 2 wt. %</i>			



No.	Bilangan gelombang	Gugus fungsi	Keterangan
1.	1073,11 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur asimetri Si-O pada ikatan Si-O-Si
2.	800,64 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi ulur simetri pada ikatan Si-O-Si
3.	458,48 cm^{-1}	Si-O-Si	Pita vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si

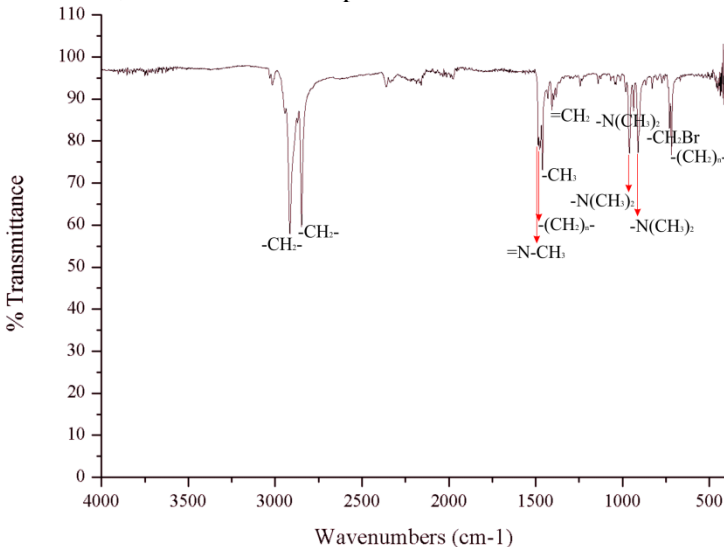
Pada pengujian FTIR untuk prosedur penelitian pembuatan Silika nanopartikel mesopori dari silika hasil ekstraksi sekam padi dihasilkan spektra FTIR seperti Gambar 4.5. Spektra FTIR tersebut merupakan hasil uji untuk sampel Silika nanopartikel mesopori dengan variasi komposisi Setiltrimetil amonium bromida (CTABr) sebesar 1, 1,25, 1,5, 1,75, dan 2 wt.%, serta tanpa CTABr.

Pada spektra FTIR sampel tanpa CTABr, Gambar 4.5 (A), pada bilangan gelombang 1069,34 cm^{-1} , 795,98 cm^{-1} , dan 456,10 cm^{-1} merupakan gugus Si-O-Si. Bilangan gelombang 1069,34 cm^{-1} merupakan pita vibrasi ulur Si-O, 795,98 cm^{-1} merupakan pita vibrasi ulur simetri, dan 456,10 cm^{-1} merupakan pita vibrasi tekuk dari ikatan Si-O-Si. Sedangkan pada spektra FTIR sampel CTABr 1 wt.%, Gambar 4.5 (B), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1065,86 cm^{-1} , 796,83 cm^{-1} , dan 455,33 cm^{-1} yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si.

Pada spektra FTIR sampel CTABr 1,25 wt.%, Gambar 4.5 (C), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1077,52 cm^{-1} , 798,64 cm^{-1} , dan 459,77 cm^{-1} yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si. Sedangkan pada spektra sampel CTABr 1,5 wt.%, Gambar 4.5 (D), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang 1073,56 cm^{-1} , 798,06 cm^{-1} , dan 455,33 cm^{-1} yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si.

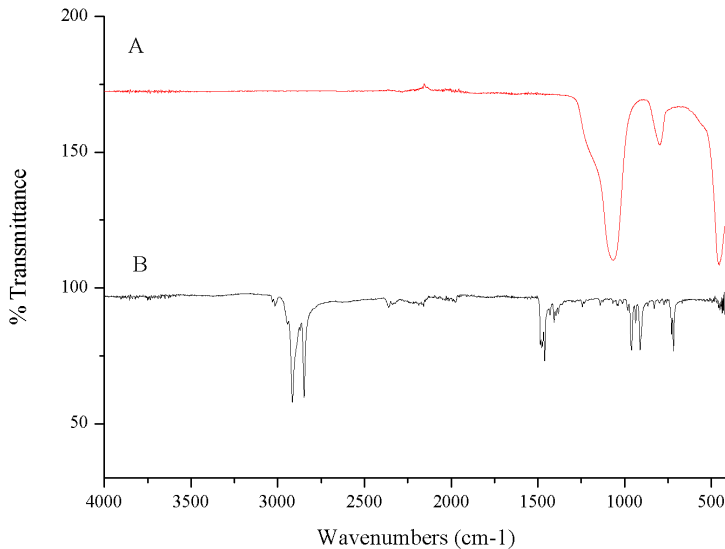


Pada spektra FTIR sampel CTABr 1,75 wt.%, Gambar 4.5 (E), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang $1069,83\text{ cm}^{-1}$, $798,06\text{ cm}^{-1}$, dan $456,06\text{ cm}^{-1}$ yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si. Sedangkan pada spektra sampel CTABr 2 wt.%, Gambar 4.5 (F), terdapat gugus Si-O-Si pada bilangan gelombang $1073,11\text{ cm}^{-1}$, $800,64\text{ cm}^{-1}$, dan $458,48\text{ cm}^{-1}$ yang masing-masing merupakan pita vibrasi ulur Si-O, vibrasi ulur simetri, dan vibrasi tekuk pada ikatan Si-O-Si.



Gambar 4.6 Spektra FTIR dari sampel Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr)

Gambar 4.6 merupakan spektra FTIR dari sampel Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr). Rumus kimia dari CTABr adalah $\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$. Berdasarkan rumus kimia tersebut, didapatkan gugus-gugus fungsi dari CTABr, seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.6.



Gambar 4.7 Spektra FTIR dari perbandingan sampel (A) silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), CTABr 1 wt.% dan (B) Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr)

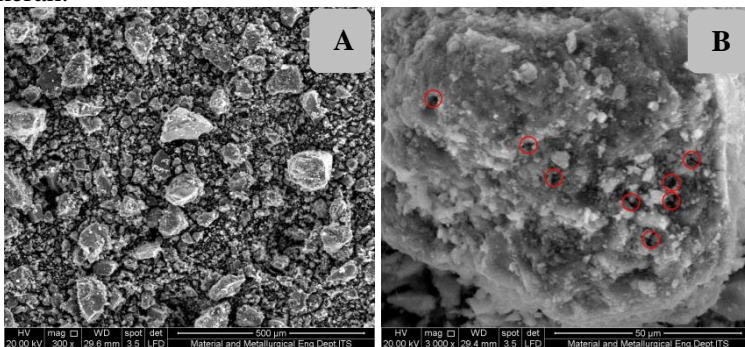
Berdasarkan hasil uji FTIR yang telah dilakukan untuk sampel silika menunjukkan pita infra merah (IR) untuk jenis mesofasa silika. Hal ini ditunjukkan dengan adanya vibrasi ulur maupun vibrasi tekuk pada kelompok hidroksil yang berada di permukaan atom silikon (Si) dan pada penyerapan molekul air, serta vibrasi ulur dan asimetri pada ikatan siloksan (Si-O-Si). Sedangkan pada sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) memiliki perbedaan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Le, et al. (2007) yang ditunjukkan pada Gambar 2.30. Gambar 2.30 menunjukkan bahwa masih terdapat puncak -C-H pada bilangan gelombang 2924 dan 2853 cm^{-1} . Bilangan gelombang tersebut menunjukkan adanya pembengkokan -CH₂ dan -CH₃ dari surfaktan CTABr. Selain itu, juga tidak adanya pita vibrasi deformasi maupun vibrasi tekuk dari kelompok -C-H. Namun, pada Gambar 4.5 terlihat tidak adanya pita vibrasi untuk



kelompok –C-H. Gambar 4.7 menunjukkan bahwa pada spektra FTIR *MNSp*, CTABr 1 wt.% tidak terdapat gugus fungsi kelompok –C-H, amina, maupun bromida. Sehingga dapat disimpulkan bahwa proses kalsinasi pada temperatur 600°C selama 4 jam berlangsung secara sempurna untuk menghilangkan molekul surfaktan, CTABr, dan hilangnya surfaktan menghasilkan pori pada material silika.

4.3 Analisa Data dan Pembahasan Pengujian Mikroskop Elektron

Pada pengujian mikroskop elektron dilakukan 2 pengujian, yakni SEM dan TEM untuk prosedur penelitian ekstraksi silika dari sekam padi dan silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) yang ditunjukkan oleh gambar-gambar berikut ini. Gambar 4.6 merupakan hasil karakterisasi SEM untuk sampel silika hasil ekstraksi. Gambar 4.8(A) menunjukkan persebaran partikel yang tidak seragam (heterogen) dan morfologi bentuk yang bervariasi. Gambar 4.8(B) menunjukkan bahwa terdapat pori pada silika yang ditunjukkan dengan lingkaran berwarna merah.

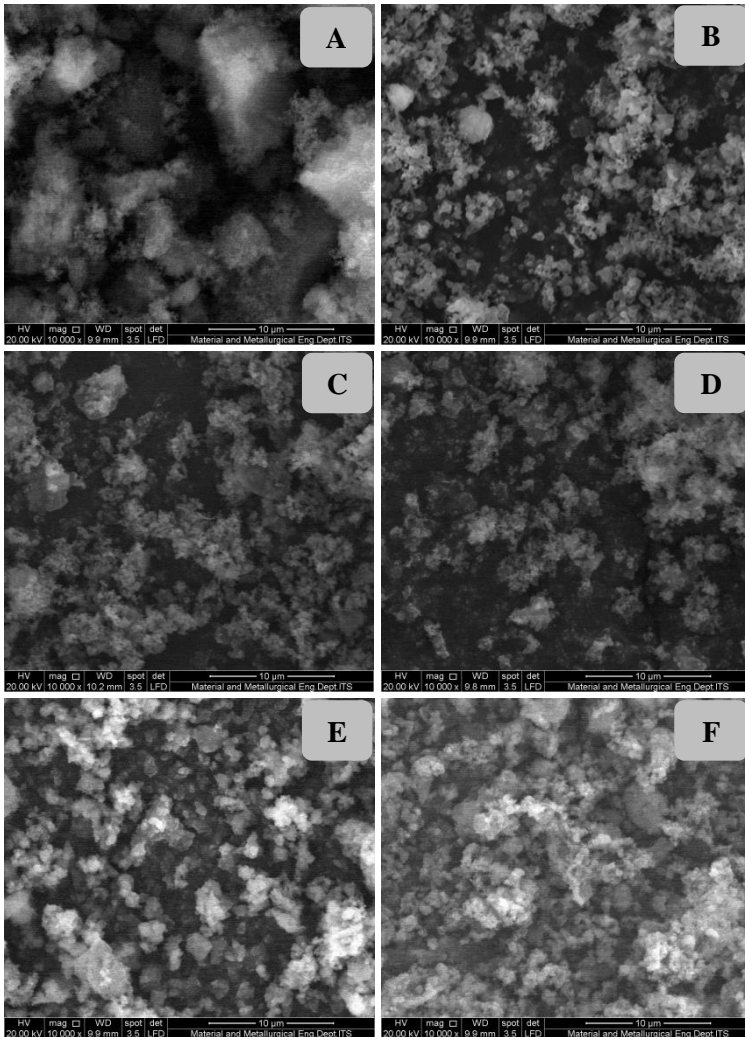


Gambar 4.8 Mikrografi SEM dari silika hasil ekstraksi dengan perbesaran (A) 300x dan (B) 3000x

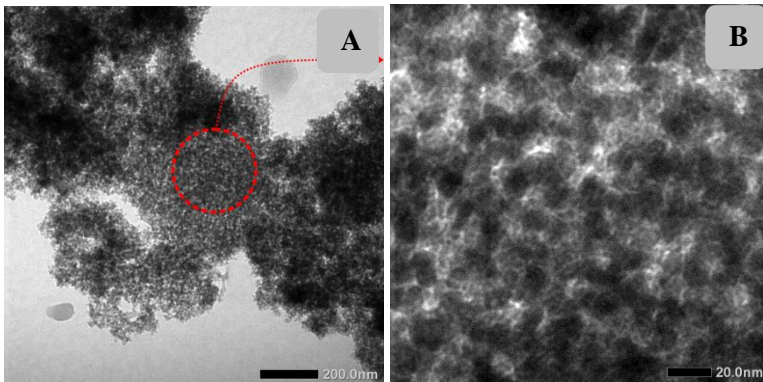
Sedangkan untuk pengujian SEM pada prosedur pembuatan silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) didapatkan hasil



seperti yang ditunjukkan oleh Gambar 4.9. Berdasarkan hasil karakterisasi SEM menunjukkan persebaran partikel dan memiliki ukuran partikel yang tidak seragam (heterogen). Gambar 4.9(A) menunjukkan morfologi yang menyerupai dengan hasil karakterisasi sampel silika tetapi memiliki ukuran partikel yang lebih kecil. Sedangkan dari Gambar 4.9(B), (C), (D), (E), dan (F) terlihat bahwa morfologi permukaan sampel silika cenderung berbentuk bulat. Akan tetapi, sebagian besar partikel-partikel tersebut cenderung berikatan membentuk ikatan atau gumpalan-gumpalan partikel bulat besar atau biasa yang disebut dengan agglomerasi. Berdasarkan hasil SEM, memperlihatkan bahwa terjadinya peningkatan ukuran partikel seiring dengan bertambahnya konsentrasi molar dari CTABr.



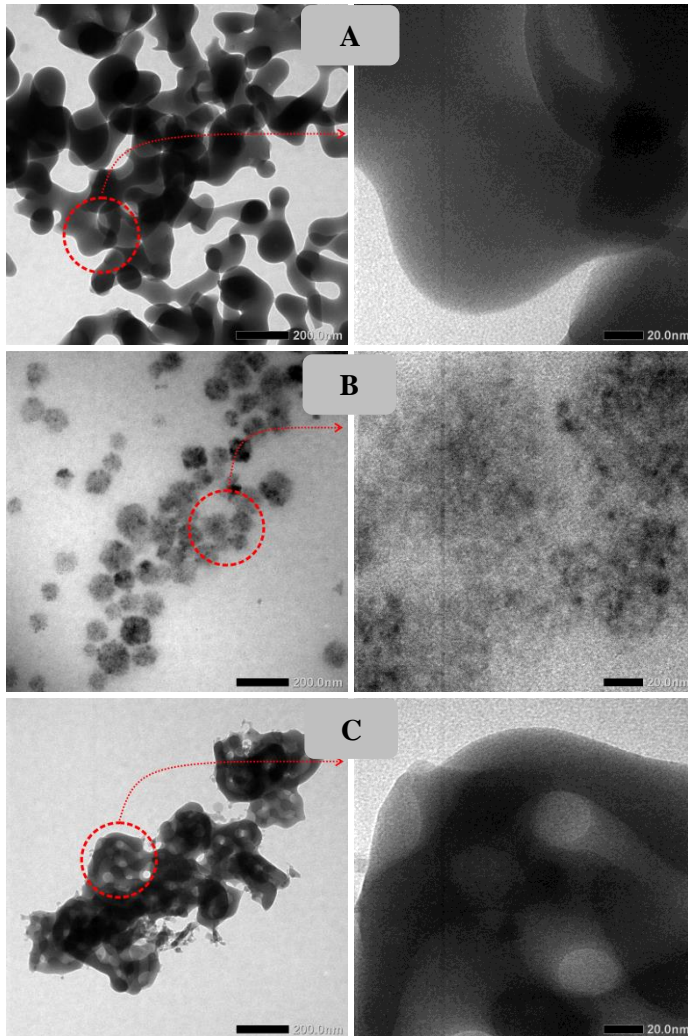
Gambar 4.9 Mikrografi SEM dari sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, (C) CTABr 1,25 wt.%, (D) CTABr 1,5 wt.%, (E) CTABr 1,75 wt.%, dan (F) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 10000x



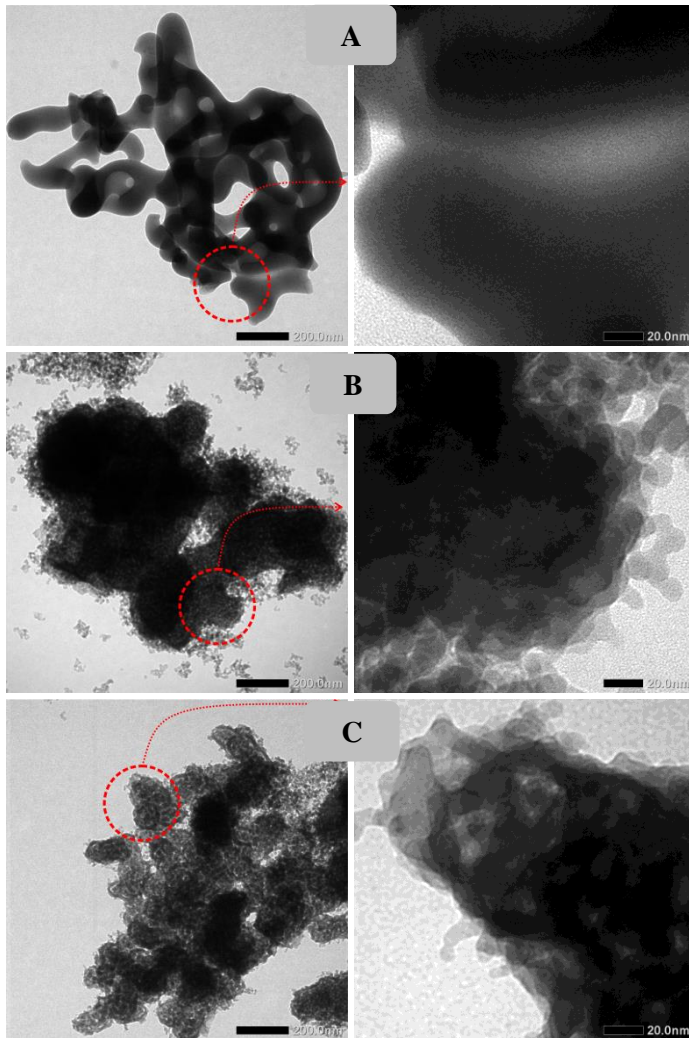
Gambar 4.10 Mikrografi TEM dari silika hasil ekstraksi dengan perbesaran (A) 20000x dan (B) 80000x

Gambar 4.10 merupakan mikrografi TEM dari sampel silika. Pada mikrografi tersebut terlihat bahwa distribusi partikel nanosilika yang homogen. Ukuran partikel sekitar sebesar 8 sampai 150 nm. Morfologi yang didapatkan berupa silika yang berbentuk bulat-bulat.

Mikrografi TEM silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) yang diperoleh pada variasi konsentrasi CTABr ditunjukkan pada Gambar 4.11 dan Gambar 4.12. Penampakan morfologi menunjukkan partikel nanosilika yang berbentuk bulat dan seragam dengan ukuran partikel berkisar dari beberapa nanometer sampai beberapa ratus nanometer. Untuk sampel tanpa CTABr, Gambar 4.9(A), memiliki rata-rata ukuran partikelnya sebesar 102.51 nm. Akan tetapi, pada beberapa sampel uji, seperti sampel penambahan konsentrasi CTABr sebesar 1,25 wt.% (Gambar 4.9 (C)) dan 1,5 wt.% (Gambar 4.12 (A)) serta tanpa CTABr (Gambar 4.11 (A)), menunjukkan bahwa antar partikel silika membentuk satu kesatuan seperti gumpalan yang disebut dengan agregat sehingga tidak terlihat jelas batas antar partikelnya. Penampakan morfologi tersebut didukung dengan penampakan morfologi pada pengujian SEM, Gambar 4.8.



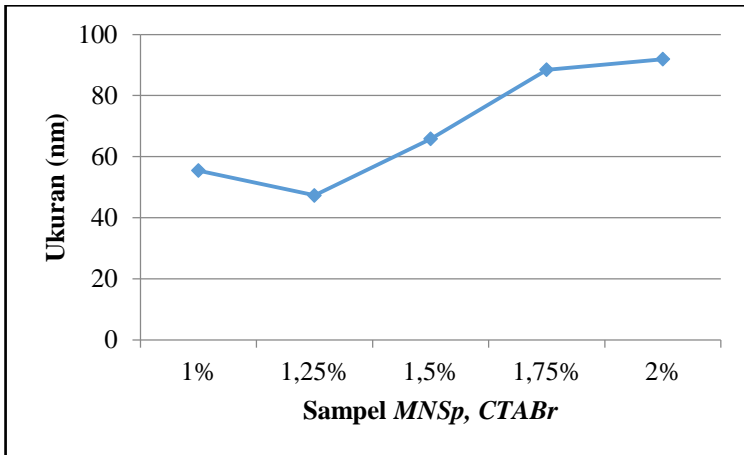
Gambar 4.11 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) Tanpa CTABr, (B) CTABr 1 wt.%, dan (C) CTABr 1,25 wt.% dengan perbesaran 20000x dan 80000x



Gambar 4.12 Mikrografi TEM dari silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) (A) CTABr 1,5 wt.%, (B) CTABr 1,75 wt.%, dan (C) CTABr 2 wt% dengan perbesaran 20000x dan 80000x



Dari hasil uji TEM juga dapat diketahui ukuran rata-rata partikel dari masing-masing sampel. Pada sampel dengan variasi CTABr 1 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 55,45 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,25 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 47,39 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,5 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 66,83 nm. Pada sampel dengan variasi CTABr 1,75 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 88,48 nm. Dan pada sampel dengan variasi CTABr 2 wt.%, didapatkan ukuran rata-rata partikel sebesar 91,92 nm.



Gambar 4.13 Grafik pengaruh penambahan Setiltrimetil ammonium bromide (CTABr) terhadap ukuran partikel dari sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*)

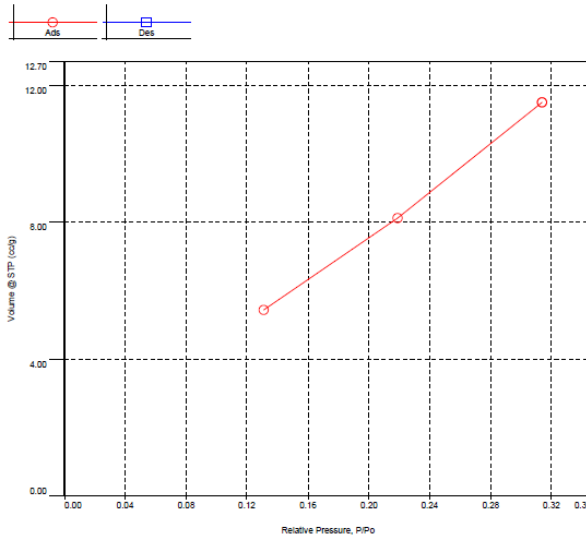
Gambar 4.13, menunjukkan bahwa terjadi penurunan kemudian kenaikan ukuran partikel dari pada sampel *MNSp*. Meningkatnya konsentrasi CTABr antara 0 sampai 1.25 wt.% (Gambar 4.11 A, B, dan C), menghasilkan ukuran partikel yang lebih seragam walaupun terdapat partikel yang membentuk agregat. Kemudian, meningkatnya konsentrasi CTABr antara 1.25 sampai 2 wt.% (Gambar 4.12 A, B, dan C), menghasilkan



ukuran partikel yang lebih besar dan seragam walaupun terdapat partikel yang membentuk agregat. Hal ini menunjukkan bahwa semakin meningkatnya komposisi dari surfaktan, CTABr, menyebabkan morfologi dan ukuran partikel silika menjadi lebih besar serta seragam. Hal ini didukung pula dengan data ukuran kristal yang ditunjukkan pada Gambar 4.3 dimana semakin meningkatnya konsentrasi surfaktan, CTABr, akan meningkatkan ukuran partikel silika. Selain itu, untuk sampel CTABr 1,25 (Gambar 4.11(C)) dan 1,5 wt.% (Gambar 4.12(A)) memperlihatkan adanya pori pada partikel silika. Ukuran pori untuk sampel CTABr 1,25 wt.% sekitar 26 sampai 31 nm dengan rata-rata diameternya sebesar 29,59 nm. Sedangkan ukuran pori untuk sampel CTABr 1,5 wt.% sekitar 28 sampai 49 nm dengan rata-rata diameternya sebesar 37,38 nm. Jika dilihat nilai rata-rata diameter porinya, kedua sampel tersebut termasuk dalam jenis material mesopori, yakni material yang memiliki rata-rata diameter porinya sebesar 2 sampai 50 nm.

4.4 Analisa Data dan Pembahasan BET *Surface Analysis*

Pada pengujian BET *surface analysis* untuk 3 titik sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) dengan komposisi Setiltrimetil ammonium bromide (CTABr) sebesar 1 dan 1,5 wt.% didapatkan hasil berupa garis lurus. Garis lurus ini menunjukkan metode yang digunakan adalah metode BET multipoin dimana menggunakan gas nitrogen sebagai adsorbat.

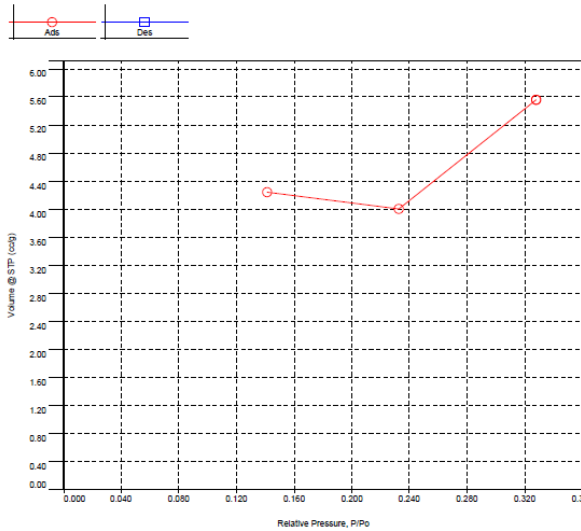


Gambar 4.13 Kurva adsorpsi N_2 untuk sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), CTABr 1 wt. %

Gambar 4.13 dan Gambar 4.14 merupakan kurva adsorpsi gas nitrogen (N_2) pada sampel *MNSp*, CTABr 1 dan 1,5 wt. % . Nilai luas permukaan untuk (*MNSp*), CTABr 1 wt. % sebesar $50,995 \text{ m}^2/\text{g}$ dan (*MNSp*), CTABr 1,5 wt. % sebesar $16,249 \text{ m}^2/\text{g}$. Analisis kuantitatif untuk nilai volum pori dan diameter pori belum terukur karena perlu dilakukan pengujian sebanyak 16 titik atau *full isotherm*. Jika dilakukan pendekatan dengan kurva isotherm adsorpsi sesuai dengan IUPAC, kedua sampel tersebut mengarah kepada bentuk kurva Tipe IV untuk sampel CTABr 1 wt. % dan Tipe V untuk sampel CTABr 1,5 wt. %. Menurut Thommes et al. (2015) menjelaskan bahwa kedua tipe ini biasanya terjadi padatan berpori, yakni adsorben mesopori. Akan tetapi, jika ditinjau dari hasil pengujian TEM, Gambar 4.11(B), untuk sampel CTABr 1 wt. % tidak terlihat secara jelas pori dari sampel tersebut. Sedangkan untuk sampel CTABr 1,5 wt. % terlihat pori-porinya dengan rata-rata diameter porinya sebesar



37.38 nm. Sehingga dapat disimpulkan bahwa sampel ini merupakan silika nanopartikel mesopori.



Gambar 4.14 Kurva adsorpsi N_2 untuk sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), CTABr 1,5 wt.%

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil analisis data dan pembahasan yang diuraikan pada BAB IV, maka penelitian ini dapat mengerucut menjadi beberapa poin kesimpulan, yaitu:

1. Penelitian ini telah berhasil mensintesa silika nanopartikel mesopori (*MNSp*) dengan menggunakan surfaktan Setiltrimetil ammonium bromida (CTABr) sebagai template (penyusun kerangka) dari sekam padi. Pengaruh dari surfaktan terhadap fasa yang terbentuk adalah cristobalite dan NaCl. Gugus fungsi yang terbentuk berupa kelompok siloksan (Si-O-Si). Rata-rata ukuran partikel untuk masing-masing variasi penambahan CTABr 1, 1,25, 1,5, 1,75, dan 2 wt.% sebesar 54,55 nm, 47,39 nm, 66,83 nm, 88,48 nm, dan 91,92 nm. Hal ini menunjukkan bahwa material silika yang dihasilkan merupakan nanomaterial.
2. Sintesa silika dari sekam padi menghasilkan material silika nanopartikel mesopori (*MNSp*). Penambahan surfaktan juga akan semakin meningkatkan ukuran kristal maupun partikel dari silika. Selain itu, karakteristik dari material silika tersebut adalah menghasilkan ukuran dan distribusi partikel yang lebih homogen. Ukuran diameter pori yang dihasilkan pun termasuk jenis material mesopori yang memiliki ukuran diameter antara 2-50 nm.

5.2 Saran

Dari pembahasan dan kesimpulan yang didapatkan, maka penulis merekomendasikan beberapa hal sebagai berikut:

1. Diperlukan penelitian lebih lanjut terhadap variasi yang lain, seperti pH, waktu *aging*, dan waktu hidrotermal.
2. Pencucian gel sebaiknya dilakukan minimal sebanyak 8 kali untuk menghilangkan garam (Natrium klorida/NaCl).



3. Untuk pengujian TEM diperlukan metode *High Resolution TEM (HRTEM)* agar terlihat bentuk struktur kristal dari material silika nanopartikel mesopori (*MNSp*).
4. Perlu dilakukannya pencucian ulang untuk sampel serbuk silica nanopartikel mesopori yang dilanjutkan dengan proses pengeringan untuk menghilangkan senyawa Natrium klorida (NaCl) yang terdapat pada serbuk.

DAFTAR PUSTAKA

- Adam, Farook, et al. 2011. A Simple Template-Free Sol–Gel Synthesis of Spherical Nanosilica from Agricultural Biomass”. **J Sol-Gel Sci Technol**, 59 : 580–583.
- Alfaruqi, M. H. 2008. Pengaruh Konsentrasi Hidrogen Klorida (HCl) dan Temperatur Perlakuan Hidrotermal terhadap Kristalinitas Material Mesopori Silika SBA-15. **Skripsi** pada Departemen Teknik Metalurgi dan Material, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Jakarta.
- Barrabino, Albert. 2011. Synthesis of Mesoporous Silica Particles with Control of Both Pore Diameter and Particle Size. **Tesis** pada Department of Chemical and Biological Technology, Division of Applied Surface Chemistry, Chalmers University Of Technology, Göteborg, Sweden.
- Beck J. S., et al. 1992. “A New Family of Mesoporous Molecular Sieves Prepared with Liquid Crystal Templates”. **Journal of The American Chemical Society**, 114 (27), 10834-10843.
- Fadhlulloh, M. A., et al. 2014. “*Review* Tentang Sintesis SiO₂ Nanopartikel”. **Jurnal Integrasi Proses** Vol. 5, No.1, 30-45.
- Ghorbani, F., et al. 2013. “Preparation and Characterization of Highly Pure Silica from Sedge as Agricultural Waste and Its Utilization in The Synthesis of Mesoporous Silica MCM-41”. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, JTICE-584; No. of Pages 8.
- Handayani, P. A., Nurjanah, E., Rengga, W. D. P. 2014. “Pemanfaatan Limbah Sekam Padi menjadi Silika Gel”. **Jurnal Bahan Alam Terbarukan**, Vol. 3, Edisi 2, p-ISSN: 2303-0623, e-ISSN: 2407-2370.
- Huo, Q., Margolese, D. I., Stucky, G. D. 1996. “Surfactant Control of Phases in The Sinthesis of Mesoporous Silica-Based Materials”. **Chemistry of Materials**, 8 (5), 1147-1160.

- Johansson, E.M. 2010. "Controlling The Pore Size and Morphology of Mesoporous Silica". **Tesis** pada Department of Physics, Chemistry, and Biology (IFM), Linköping University, Sweden.
- Kalapathy, U., A. Proctor, & J. Shultz. 2000. "A Simple Methode for Production of Pure Silika from Rice Hull Ash". **Bioresource Technology**, 73: 257-262.
- Kleitz, Freddy. 2002. "Ordered Mesoporous Materials: Template Removal, Frameworks, and Morphlogy". **Disertasi** pada Fakultas Kimia, Ruhr-Universität Bochum, Saverne.
- Kresge, C. T., et al. 2004. "The Discovery of ExxonMobil's M41S Family of Mesoporous Molecular Sieves". **Zeolites and Related Microporous Materials: State of the Art, Studies in Surface Science and Catalysis**, 148, 53-72.
- Kresge, C. T., dan Roth, W. J. 2013. "The Discovery of Mesoporous Molecular Sieves from The Twenty Years Perspective". **Chem Soc Rev.**, RSC Publishing.
- Laudise, R. A. 1987. "Hydrothermal Synthesis of Crystals". **Chem. Eng. News**, 65 (39), pp 30–43.
- Le, V. H., et al. 2013. "Synthesis of Silica Nanoparticles from Vietnamese Rice Husk by Sol–Gel Method". **Nanoscale Research Letters** 2013, 8 : 58.
- Liberman, A., et al. 2014. "Synthesis and Surface Functionalization of Silica Nanoparticles for Nanomedicine". **Surface Science Reports**, 69 (2014), 132–158.
- Maurice, A. R., dan Faouzi, H. 2014. "Synthesis and Characterization of Amorphous Silica Nanoparticles from Aqueous Silicates Using Cationic Surfactants". **Journal of Metals, Materials and Minerals**, Vol.24, No.1, pp.37-42.
- Meynen, V., Cool, P., & Vansant, E. F. 2009. "Verified Syntheses of Mesoporous Materials". **Microporous and Mesoporous Materials**, 125 (3), 170-223.

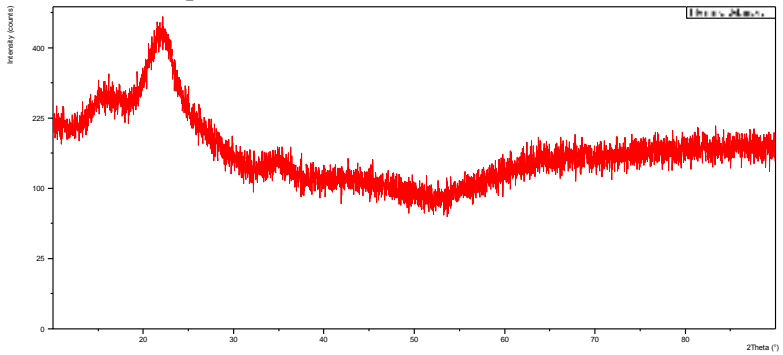
- Prawingwong, M. P. 2011. "Mesoporous Silica Synthesized from RHA and Its Grafting with pH-Responsive Poly(acylic acid)". **Tesis** pada Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Thammasat University, Thailand.
- Sankar, S., et al. 2016. "Synthesis and Characterization of Mesoporous Si₂ Nanoparticles Synthesized from Biogenic Rice Husk Ash for Optoelectronic Applications". **An International Journal of Engineering Sciences**, Vol. 17, 353-358.
- Sing, K. S. W., Everett, D. H., Haul, R. A. W., Moscou, L., Pierotti, R. A., Rouquerol, J., Siemieniewska, T. 1985. **Pure and Applied Chemistry 57**. Great Britain: IUPAC.
- Suyanta, dan Kuncaka, Agus. 2011. "Utilization of Rice Husk As Raw Material In Synthesis of Mesoporous Silicates MCM-41". **Indo. J. Chem.**, 11 (3), 279 – 284.
- Utomo, M. P., Yunita, I. 2014. "Sintesis Zeolit dari Abu Sekam Padi pada Temperatur Kamar". **Proposal Penelitian Bidang Studi/Ilmu/Keahlian** pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Yogyakarta, Yogyakarta.
- Vartuli, J.C., et al. 1994. "Development of A Formation Mechanism for M41S Materials". **Studies in Surface Science and Catalysis**, Vol. 84, 53-60.
- Yang, P. (Ed.). 2003. **The Chemistry of Nanostructure Material**. USA: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.
- Zhao, X. S., (Maxx) Lu, G. Q., Millar, G. J. 1996. "Advances in Mesoporous Molcular Sieve MCM-41". **Ind. Eng. Chem. Res.** 35, 2075-2090.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

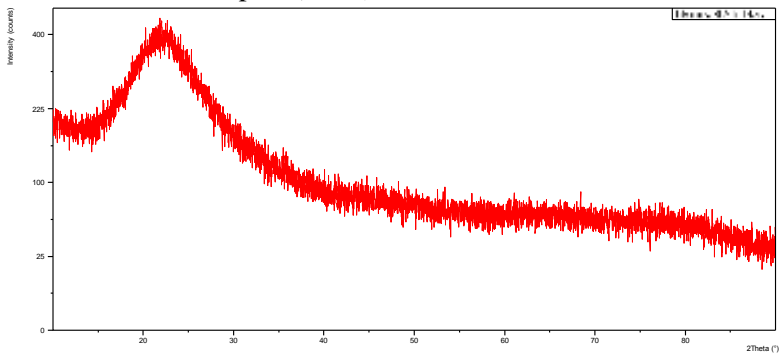
LAMPIRAN

Difraktogram XRD

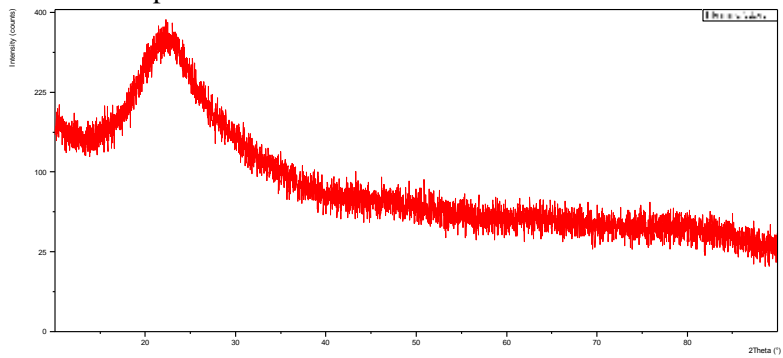
1. Sekam padi



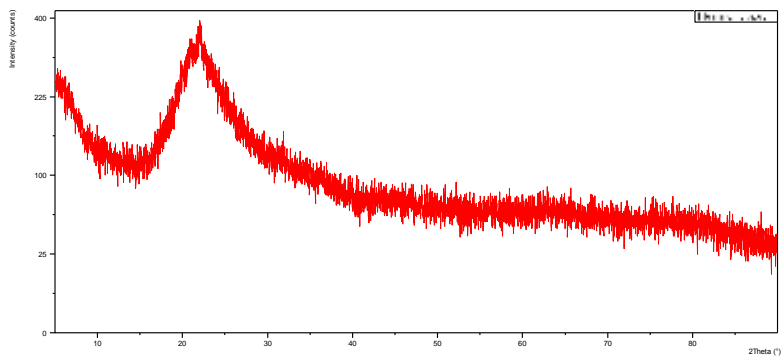
2. Abu sekam padi (RHA)



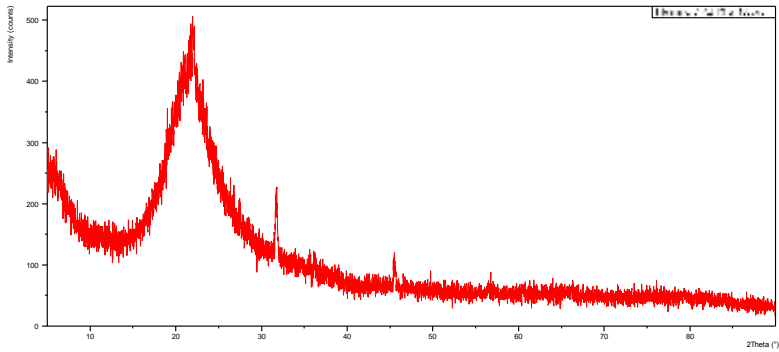
3. Sampel silika hasil ekstraksi



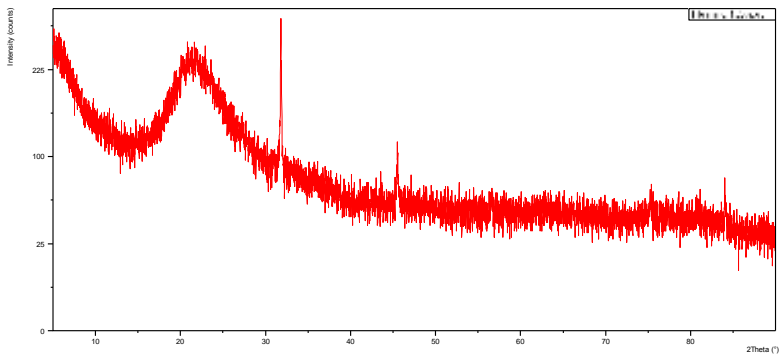
4. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), Tanpa CTABr



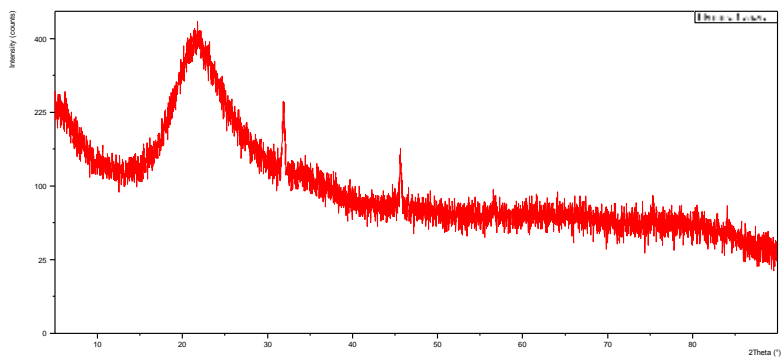
5. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1 wt. %



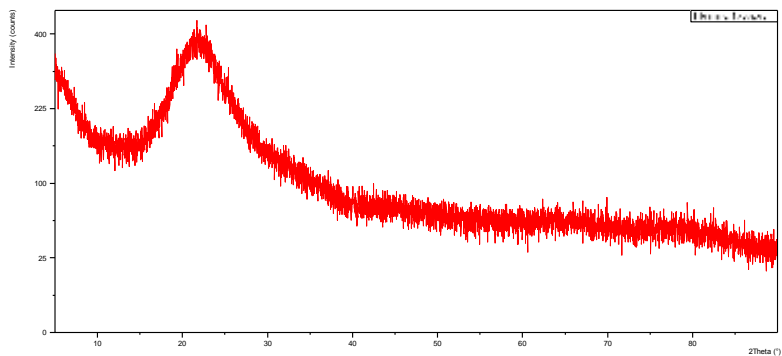
6. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1.25 wt. %



7. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1.5 wt. %



8. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1.75 wt. %





Tabel 1 Indeks Miller silika nanopartikel mesopori (*MNSp*)

<i>MNSp, Tanpa CTABr</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>
22.0168	0.2007	4.03731	
<i>MNSp, CTABr 1 wt. %</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>
22.0168	0.2007	4.03731	
31.7592	0.2342	2.81758	2 0 0
36.1245	0.2676	2.48649	
45.4289	0.2007	1.99653	2 2 0
66.2161	0.4015	1.41140	4 0 0
<i>MNSp, CTABr 1.25 wt. %</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>

21.6743	0.0900	4.09694	
31.7732	0.0669	2.81637	2 0 0
45.4680	0.1004	1.99490	2 2 0
<i>MNSp, CTABr 1.5 wt. %</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>
21.6743	0.0992	4.09694	
31.8780	0.3346	2.80735	2 0 0
45.5726	0.1338	1.99057	2 2 0
56.6316	0.4015	1.62531	2 2 2
<i>MNSp, CTABr 1.75 wt. %</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>
22.0465	0.0900	4.02861	
<i>MNSp, CTABr 2 wt. %</i>			
<i>Pos. [°2Th.]</i>	<i>FWHM Left [°2Th.]</i>	<i>d-spacing [Å]</i>	<i>h k l</i>
21.1159	0.0900	4.20399	

PDF card ICDD #00-013-0458**Name and formula**

Reference code:	00-013-0458
Mineral name:	Maghemite-Q, syn
Compound name:	Iron Oxide
Common name:	γ -Fe ₂ O ₃
Empirical formula:	Fe ₂ O ₃
Chemical formula:	Fe ₂ O ₃

Crystallographic parameters

Crystal system:	Tetragonal
Space group:	PE
a (Å):	8.3380
b (Å):	8.3380
c (Å):	25.0100
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	1738.75
Z:	32.00
RIR:	-

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
---------	---------------------------

Subfiles: Alloy, metal or intermetallic
Excipient
Inorganic
Mineral
Pharmaceutical
Quality: Indexed (I)

Comments

Creation Date: 1/1/1970
Modification Date: 1/11/2011
Deleted Or Rejected By: Deleted by 00-015-0615
Sample Source or Locality: Specimen prepared from α -Fe₂O₃ by dry method.

References

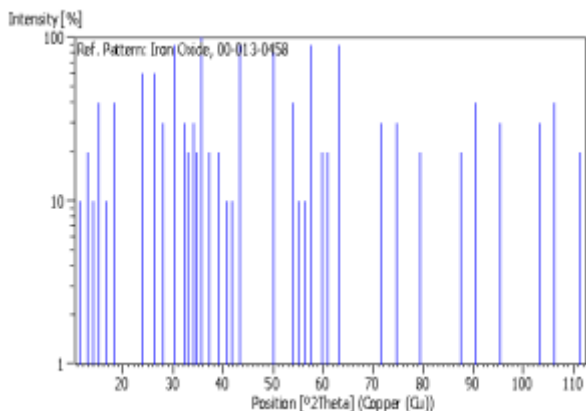
Primary reference: Dasgupta., *Geol. Survey Calcutta, India*
Unit cell: Bernal. et al., *Clay Miner. Bull.*,
4, 15, (1959)

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	1	7.91000	11.177	10.0
2	1	0	2	6.93400	12.756	20.0
3	0	0	4	6.32800	13.984	10.0
4	1	0	3	5.88700	15.037	40.0
5	1	1	2	5.32600	16.632	10.0
6	1	1	3	4.81000	18.431	40.0
7	1	0	6	3.72100	23.895	60.0
8	1	1	6	3.39800	26.205	60.0
9	2	0	5	3.19800	27.876	30.0
10	2	0	6	2.94400	30.336	90.0
11	0	0	9	2.77600	32.220	30.0
12	2	0	7	2.70800	33.052	20.0
13	1	0	9	2.63400	34.009	30.0

13	1	0	9	2.63400	34.009	30.0
14	2	1	7	2.57800	34.771	20.0
15	1	1	9	2.51000	35.744	100.0
16	2	2	6	2.40400	37.377	20.0
17	2	0	9	2.30900	38.976	20.0
18	2	1	9	2.22400	40.529	10.0
19	3	2	4	2.16700	41.644	10.0
20	0	0	12	2.08200	43.429	90.0
21	2	1	12	1.81800	50.138	80.0
22	4	1	8	1.69900	53.922	40.0
23	5	0	1	1.66500	55.116	10.0
24	5	1	1	1.63300	56.291	10.0
25	4	2	8	1.60200	57.480	90.0
26	5	2	1	1.54600	59.769	20.0
27	2	1	15	1.52000	60.899	20.0
28	4	4	1	1.47200	63.108	90.0
29	6	2	1	1.31700	71.590	30.0
30	3	3	15	1.27100	74.610	30.0
31	6	3	5	1.20700	79.315	20.0
32	4	2	18	1.11400	87.494	20.0
33	3	1	21	1.08530	90.430	40.0
34	0	0	24	1.04190	95.347	30.0
35	2	2	24	0.98240	103.275	30.0
36				0.96270	106.288	40.0
37				0.93210	111.464	20.0

Stick Pattern



PDF card ICDD #00-002-0285**Name and formula**

Reference code:	00-002-0285
Mineral name:	Cristobalite
Compound name:	Silicon Oxide
Empirical formula:	O ₂ Si
Chemical formula:	SiO ₂

Crystallographic parameters

Crystal system:	Unknown
Measured density (g/cm ³):	2.32
RIR:	-

Status, subfiles and quality

Status:	Marked as deleted by ICDD
Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Excipient Inorganic Mineral Pharmaceutical
Quality:	Low precision (O)

Comments

Color: Colorless
 Creation Date: 1/1/1970
 Modification Date: 1/11/2011
 Color: Colorless
 Deleted Or Rejected By: Deleted by NBS card.

References

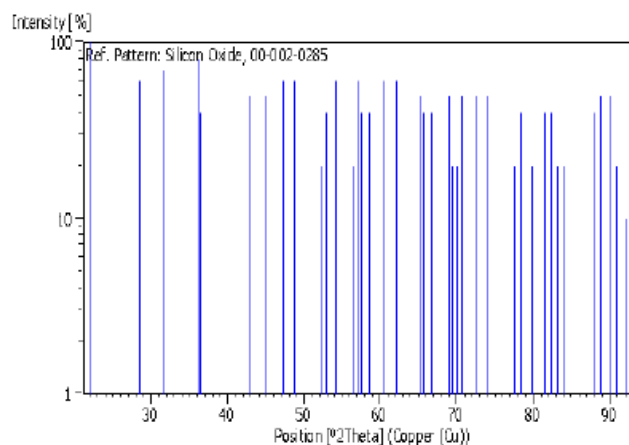
Primary reference: McVay, Thompson., *J. Am. Ceram. Soc.*, **11**, 836, (1928)
 Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed.*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				4.03000	22.039	100.0
2				3.13000	28.494	60.0
3				2.83000	31.569	70.0
4				2.48000	36.191	80.0
5				2.46000	36.496	40.0
6				2.11000	42.824	50.0
7				2.02000	44.833	50.0
8				1.92000	47.306	60.0
9				1.87000	48.652	60.0
10				1.75000	52.230	20.0
11				1.73000	52.880	40.0
12				1.69000	54.233	60.0
13				1.63000	56.403	20.0
14				1.61000	57.168	60.0
15				1.60000	57.559	40.0
16				1.57000	58.765	40.0
17				1.53000	60.459	60.0
18				1.49000	62.260	60.0
19				1.43000	65.186	50.0
20				1.42000	65.703	40.0

21	1.40000	66.763	40.0
22	1.36000	68.999	50.0
23	1.35000	69.583	20.0
24	1.34000	70.178	20.0
25	1.33000	70.785	50.0
26	1.30000	72.675	50.0
27	1.28000	73.997	50.0
28	1.23000	77.549	20.0
29	1.22000	78.306	40.0
30	1.20000	79.870	20.0
31	1.18000	81.506	40.0
32	1.17000	82.352	40.0
33	1.16000	83.219	20.0
34	1.15000	84.107	20.0
35	1.11000	87.889	40.0
36	1.10000	88.898	50.0
37	1.09000	89.934	50.0
38	1.08000	90.998	20.0
39	1.07000	92.094	10.0

Stick Pattern



PDF card ICCD #00-005-0628**Name and formula**

Reference code:	00-005-0628
Mineral name:	Halite, syn
Compound name:	Sodium Chloride
Empirical formula:	ClNa
Chemical formula:	NaCl

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	5.6402
b (Å):	5.6402
c (Å):	5.6402
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	90.0000
Calculated density (g/cm ³):	2.16
Measured density (g/cm ³):	2.17
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	179.43
Z:	4.00
RIR:	4.40

Subfiles and quality

Subfiles:	Common Phase Educational pattern Excipient Forensic Inorganic Mineral NBS pattern Pharmaceutical
Quality:	Star (S)

Comments

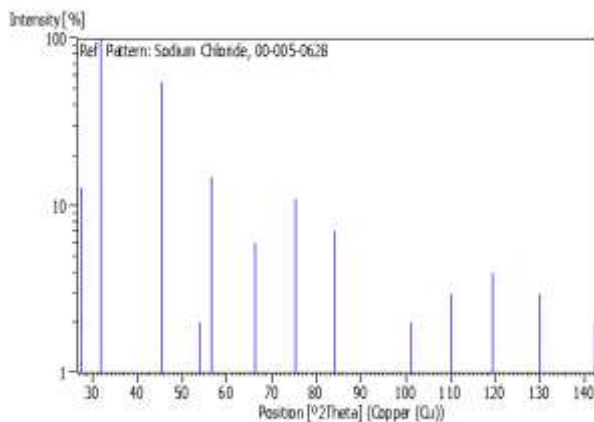
Color:	Colorless
Creation Date:	1/1/1970
Modification Date:	1/11/2011
Additional Patterns:	See PDF 01-072-1668
Color:	Colorless
General Comments:	An ACS reagent grade sample recrystallized twice from hydrochloric acid
Melting Point:	1077 K
Temperature of Data Collection:	Pattern taken at 299 K
Unit Cell Data Source:	Powder Diffraction.

References

Primary reference:	Swanson, Fuyat., <i>Natl. Bur. Stand. (U. S.), Circ. 539, II, 41</i> , (1953)
Optical data:	<i>Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., II, 4</i>

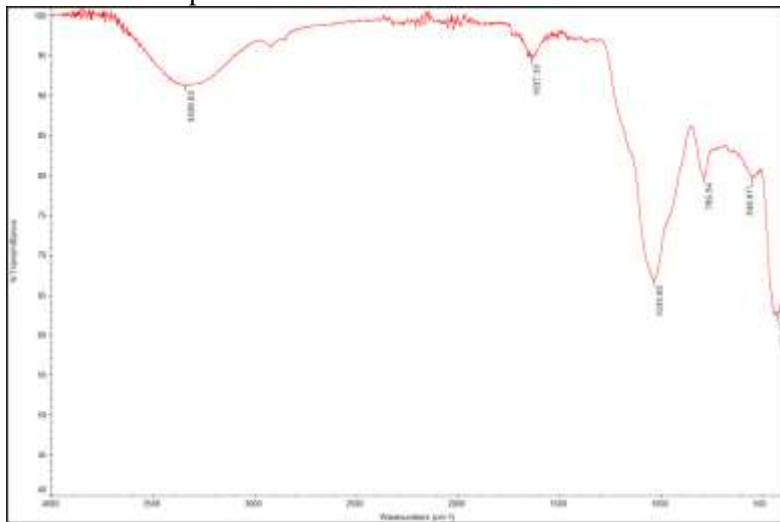
Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	3.26000	27.335	13.0
2	2	0	0	2.82100	31.693	100.0
3	2	2	0	1.99400	45.450	55.0
4	3	1	1	1.70100	53.854	2.0
5	2	2	2	1.62800	56.479	15.0
6	4	0	0	1.41000	66.229	6.0
7	3	3	1	1.29400	73.066	1.0
8	4	2	0	1.26100	75.304	11.0
9	4	2	2	1.15150	83.973	7.0
10	5	1	1	1.08550	90.409	1.0
11	4	4	0	0.99690	101.193	2.0
12	5	3	1	0.95330	107.809	1.0
13	6	0	0	0.94010	110.046	3.0
14	6	2	0	0.89170	119.505	4.0
15	5	3	3	0.86010	127.170	1.0
16	6	2	2	0.85030	129.894	3.0
17	4	4	4	0.81410	142.240	2.0

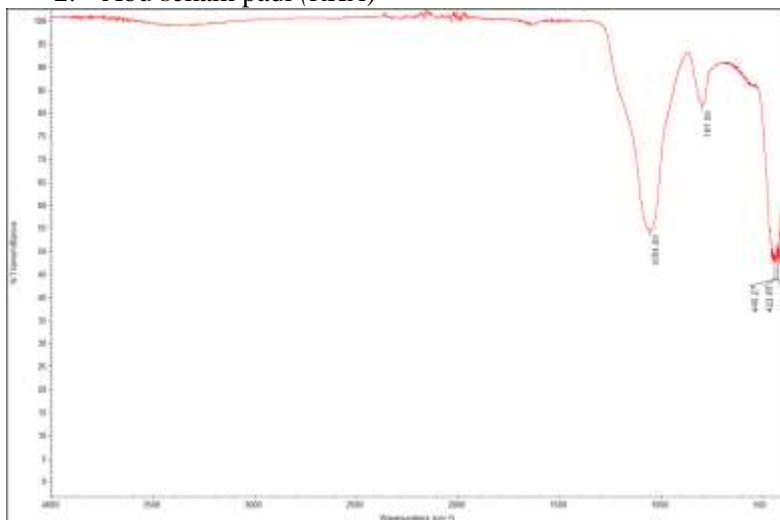
Stick Pattern

Spektra FTIR

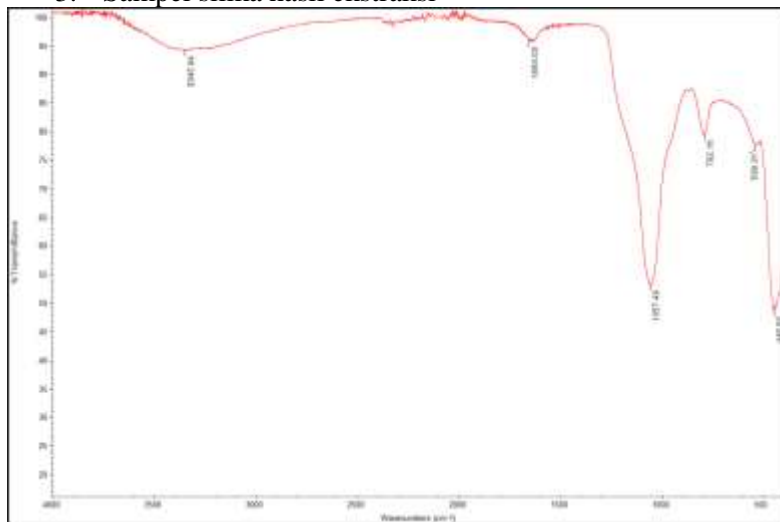
1. Sekam padi



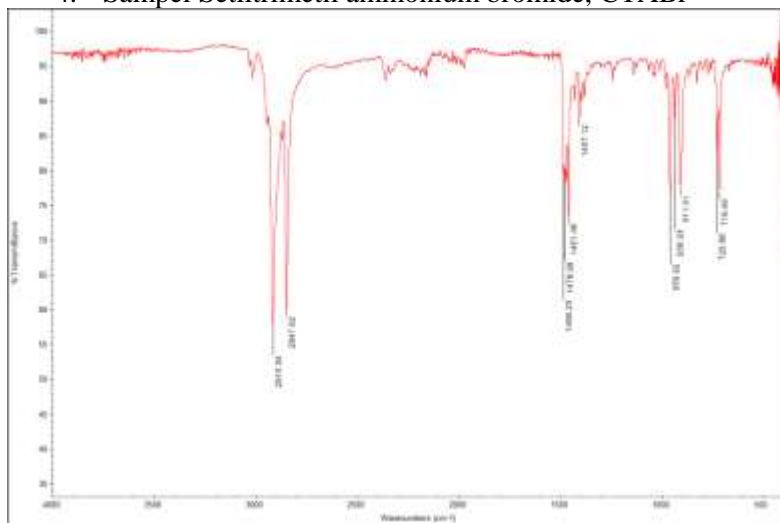
2. Abu sekam padi (RHA)



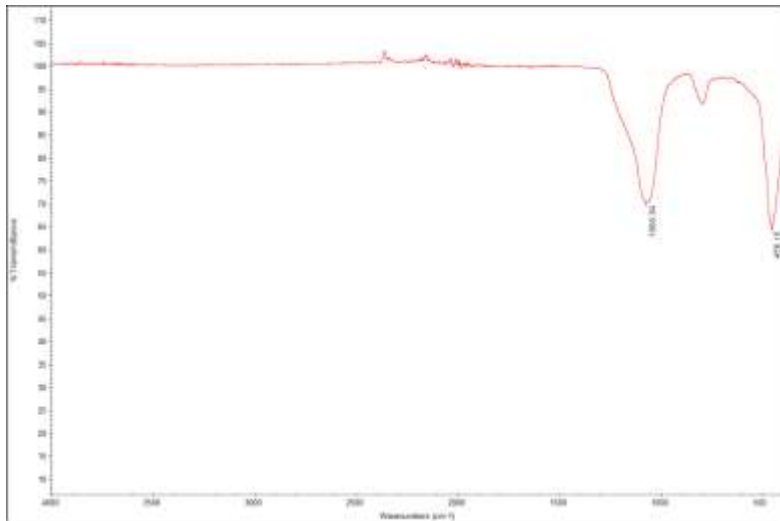
3. Sampel silika hasil ekstraksi



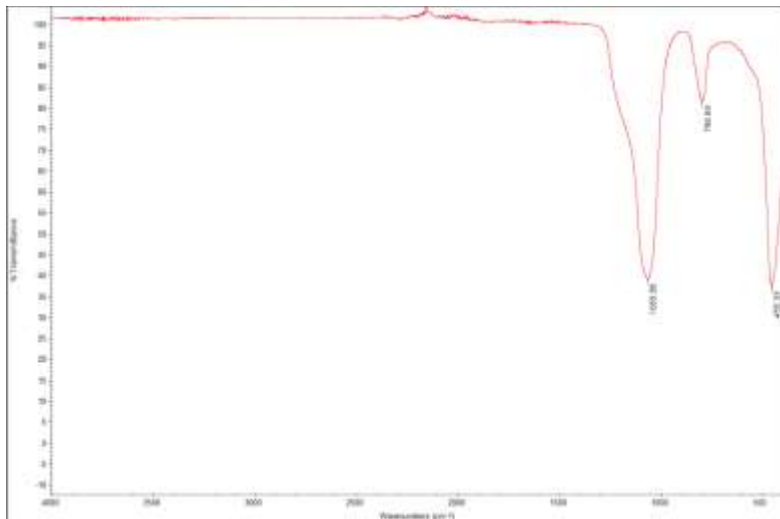
4. Sampel Setiltrimetil ammonium bromide, CTABr



5. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), Tanpa CTABr



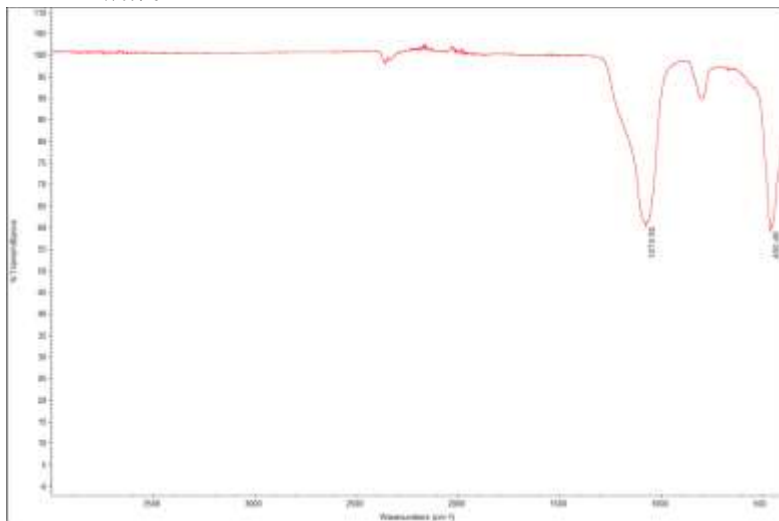
6. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), CTABr 1 wt. %



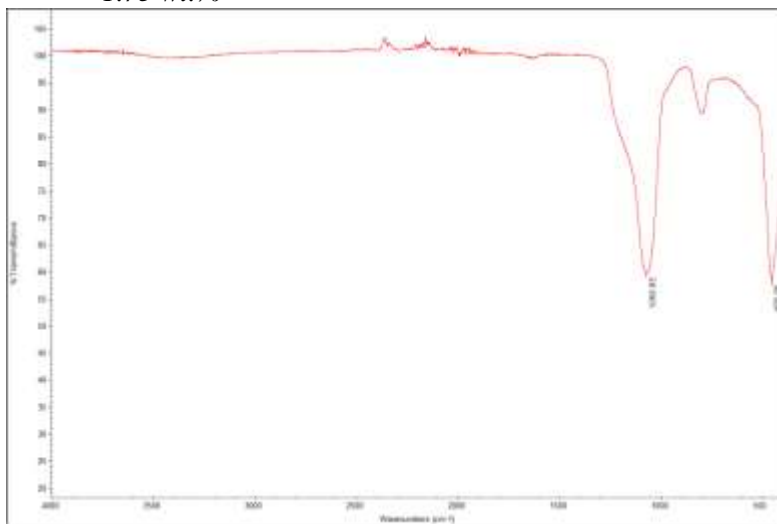
7. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1.25 wt. %



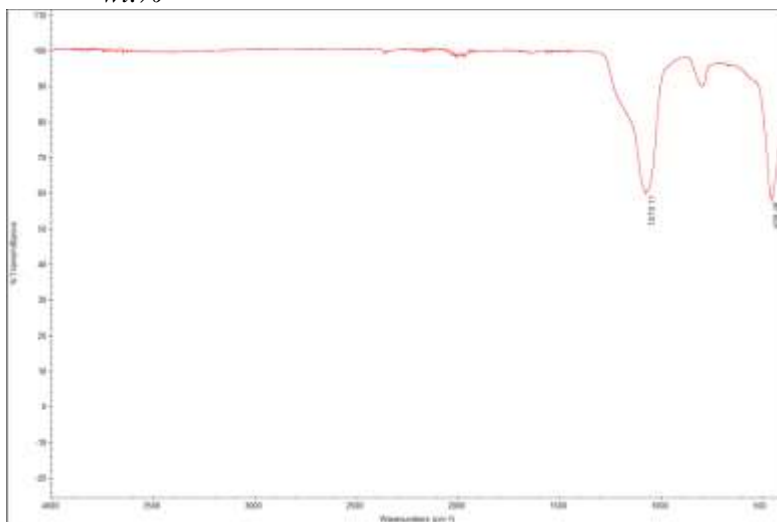
8. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 1.5 wt. %



9. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr*
1.75 wt. %



10. Sampel silika nanopartikel mesopori (*MNSp*), *CTABr* 2
wt. %



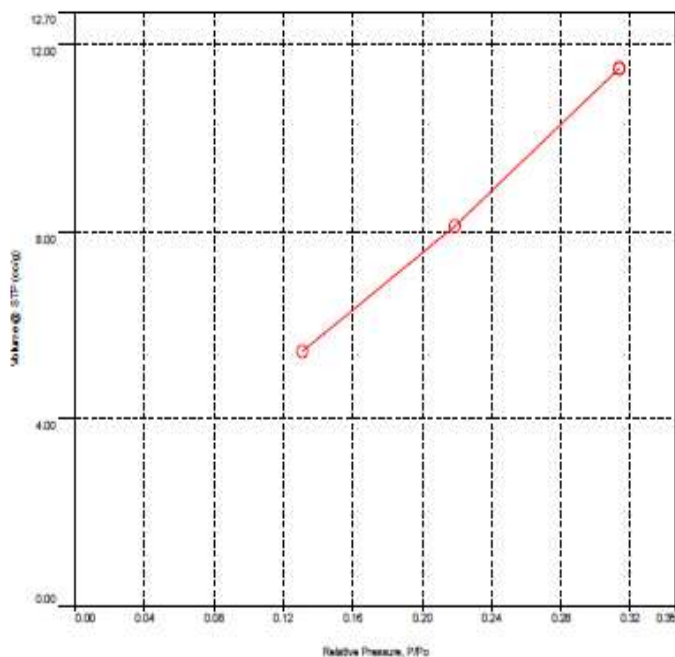
Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis		Report	
Operator:]	Date: 2017/07/07	Operator:]	Date: 7/12/2017
Sample ID: ANGGUN	Filename:	C:\QCD\data\Physisorb\20170707_01 MNSP 1% CTABR.gpe	
Sample Desc: MNSP 1% CTABR	Comment:		
Sample weight: 0.376 g	Sample Volume: 0 cc		
Outgas Time: 3.0 hrs	Outgas Temp: 300.0 C		
Analysis gas: Nitrogen	Bath Temp: 77.3 K		
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	Equil time: 90/90 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Analysis Time: 34.5 min	End of run: 2017/07/07 11:23:37	Instrument: Nova Station A	
Cell ID: 90		FW version: 0.00	

Isotherm * Linear

Adsorbate		Data Reduction Parameters	
Nitrogen		Temperature	77.350K
Molec. Wt.: 28.013 g		Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis		Date: 2017/07/07		Report		Date: 7/12/2017	
Operator: ANGGLIN		Filename: C:\QCdata\Physicorbi\20170707_01		Operator: MNSP 1% CTABR		File: MNSP 1% CTABR.gps	
Sample Desc: MNSP 1% CTABR		Comment: 0.00		Sample Volume: 300.0 C			
Sample weight: 0.378 g		Outgas Temp: 77.3 K		Bath Temp: 3000 sec (ads/des)		Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Outgas Time: 3.0 hrs		End of run: 2017/07/07 11:29:37		Instrument: Nova Station A		FW version: 0.00	
Analysis gas: Nitrogen							
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)							
Analysis Time: 34.5 min							
Cell ID: 90							

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

<u>Adsorbate</u>	Nitrogen	Temperature	77.350K	
	Molec. Wt.: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²	Liquid Density: 0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / ([W](P/Po) - 1)]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / ([W](P/Po) - 1)]
1.30790e-01	5.4378	2.2140e+01	3.13767e-01	11.4036	3.1829e+01
2.18755e-01	8.1225	2.7582e+01			

BET summary

Slope = 22.845
 Intercept = 1.550e+01
 Correlation coefficient, r = 0.995647
 C constant = 4.400
 Surface Area = 50.955 m²/g

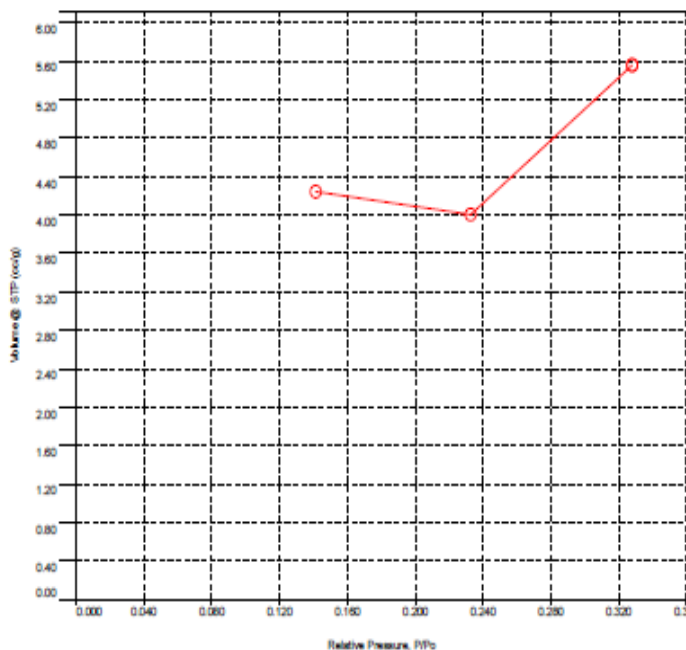
Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis	Date: 2017/07/10	Report	Date: 7/12/2017
Operator: ANGGUN	Filename: C:\QCD\data\Physisorb\20170710_01	Operator: CTABR MSP 1.5% qps	
Sample ID: ANGGUN	Comment:		
Sample Desc: CTABR MSP 1.5%	Sample Volume: 0 cc		
Sample weight: 0.183 g	Outgas Temp: 300.0 C		
Outgas Time: 3.0 hrs	Bath Temp: 77.3 K		
Analysis gas: Nitrogen	Equil time: 90/90 sec (ads/des)	Equil timecut: 240/240 sec (ads/des)	
Press. Tolerance: 0.050/0.050 (ads/des)	End of run: 2017/07/10 11:08:06	Instrument: Nova Station A	
Analysis Time: 33.8 min		FW version: 0.00	
Cell ID: 90			

Isotherm * Linear

Data Reduction Parameters			
<u>Adsorbate</u>	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. Wt: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc



Quantachrome NovaWin - Data Acquisition and Reduction
for NOVA Instruments
©1994-2010, Quantachrome Instruments
version 11.0



Analysis	Date: 2017/07/10	Report	Date: 7/12/2017
Operator:]	Filename:	Operator:]	CTABR MSP 1.5% gpa
Sample ID: ANGUIN	Comment:		
Sample Desc: CTABR MSP 1.5%	Sample Volume: 0 cc		
Sample weight: 0.183 g	Outgas Temp: 300.0 C		
Outgas Time: 3.0 hrs	Bath Temp: 77.3 K		
Analysis gas: Nitrogen	Equil time: 90/60 sec (ads/des)	Equil timeout: 240/240 sec (ads/des)	
Press. Tolerance: 0.05/0.050 (ads/des)	End of run: 2017/07/10 11:08:08	Instrument: Nova Station A	
Analysis Time: 33.9 min		FW version: 0.00	
Cell ID: 90			

Multi-Point BET

Data Reduction Parameters Data

<u>Adsorbate</u>	Nitrogen	Temperature	77.350K
	Molec. WT: 28.013 g	Cross Section:	16.200 Å ²
		Liquid Density:	0.808 g/cc

Multi-Point BET Data

Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W(Po/P) - 1]	Relative Pressure [P/Po]	Volume @ STP [cc/g]	1 / [W(Po/P) - 1]
1.41267e-01	4.2458	3.1001e+01	3.27937e-01	5.5599	7.0220e+01
2.52765e-01	4.0068	6.0581e+01			

BET summary

Slope = 205.374
 Intercept = 4.943e+00
 Correlation coefficient, r = 0.996247
 C constant = 43.360
 Surface Area = 16.249 m²/g

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Bapak Dr. Agung Purniawan, S.T., M.Eng., selaku Ketua Departemen Teknik Material FTI – ITS;
2. Bapak Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc., selaku Kepala Program Studi S1 Departemen Teknik Material FTI – ITS;
3. Ibu Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc., selaku dosen wali;
4. Tim Dosen Penguji seminar dan sidang Tugas Akhir, serta seluruh dosen dan staf Departemen Teknik Material FTI – ITS;
5. Petugas dan karyawan Laboratorium Metalurgi, Fisika Material, Kimia Material, dan Divisi Karakterisasi Material, Departemen Teknik Material FTI-ITS;
6. Kawan-kawan MT-15, Departemen Teknik Material FTI-ITS angkatan 2013, terutama sahabat-sahabat terdekat saya, Qory Maghfiroh, Meilati Pasca Muna, Ratna Hermastuti, Cahyaningtyas Ratna N., Ihsan Maula, Muhammad Reza, Muhammad Farisi, dan Daniel J. K.;
7. Seluruh pihak yang namanya tidak dapat penulis sebutkan satu per satu, yang telah membantu penulis dalam hal apapun, baik materi, moral, maupun do'a.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Anggun Nurhayati. Dilahirkan di Malang pada tanggal 27 Oktober 1995 dari pasangan Sutono dan Kamsiyah. Penulis merupakan anak kedua dari empat bersaudara, memiliki kakak perempuan bernama Sumarliyah dan memiliki adik perempuan bernama Talitha Alifah, serta adik laki-laki bernama Muhammad Setya Budi Pratama. Penulis pernah menempuh pendidikan formal di SDN Percobaan 1 Malang, SMP Negeri 1 Malang dan SMA Negeri 5 Malang. Penulis

merupakan mahasiswa aktif Jurusan Teknik Material dan Metalurgi FTI-ITS tahun masuk 2013.

Selama menjalankan pendidikan di kampus ITS Surabaya, penulis berpartisipasi aktif dalam organisasi mahasiswa Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Teknologi Industri ITS (BEM FTI-ITS) sebagai Staf Departemen Sosial Masyarakat BEM FTI-ITS dan Kepala Biro Lingkar FTI Departemen Sosial Masyarakat BEM FTI-ITS. Selain itu, penulis juga aktif di salah satu komunitas di Surabaya, yakni *Earth Hour Surabaya* dan telah bergabung sejak tahun 2015 hingga sekarang.

Selama menjadi mahasiswa penulis juga aktif mengikuti beragam pelatihan dan kepanitiaan, seperti LKMM Tingkat pra Dasar, LKMM Tingkat Dasar, Pelatihan Jurnalistik Tingkat Dasar, *Leadership and Organizing Training 1*, *Leadership and Organizing Training 2*, serta berbagai pelatihan dan kegiatan lain yang mendukung pengembangan diri penulis di bidang manajerial, keprofesian, dan jurnalistik.

Tak hanya di bidang keorganisasian, penulis juga pernah mengasah kemampuan di bidang akademik dengan menjadi

Asisten Laboratorium Kimia Analitik (2014-2016). Selain itu, penulis juga pernah menjadi *Grader* Material Polimer (2016).

Semasa kuliah penulis juga melakukan kegiatan Kerja Praktik di PT. Industri Kereta Api (PT. INKA), Madiun, Jawa Timur. Hingga pada akhirnya, kegiatan perkuliahan jenjang Strata-1 diakhiri dengan melakukan Tugas Akhir dalam bidang Material Inovatif, Material Keramik dan Gelas, dengan judul **“Analisa Pengaruh Penambahan Template Terhadap Pembentukan Silika Nanopartikel Mesopori”**.

E-mail: anggun27@gmail.com